

Titre: Étude phénoménologique et microstructurale de l'alliage à mémoire de forme NiTi en réponse à des sollicitations thermomécaniques cycliques
Title:

Auteur: Nicolas Sacépé
Author:

Date: 1999

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Sacépé, N. (1999). Étude phénoménologique et microstructurale de l'alliage à mémoire de forme NiTi en réponse à des sollicitations thermomécaniques cycliques [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.
Citation: <https://publications.polymtl.ca/8897/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/8897/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche:
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE PHÉNOMÉNOLOGIQUE ET MICROSTRUCTURALE
DE L'ALLIAGE À MÉMOIRE DE FORME NiTi
EN RÉPONSE À DES SOLLICITATIONS
THERMOMÉCANIQUES CYCLIQUES

NICOLAS SACÉPÉ
DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE
ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
AOÛT 1999



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file *Votre référence*

Our file *Notre référence*

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-53600-9

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire est intitulé

ÉTUDE PHÉNOMÉNOLOGIQUE ET MICROSTRUCTURALE
DE L'ALLIAGE À MÉMOIRE DE FORME NiTi
EN RÉPONSE À DES SOLLICITATIONS
THERMOMÉCANIQUES CYCLIQUES

Présenté par : SACÉPÉ Nicolas

En vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

A été dûment lu et accepté par le jury d'examen constitué de :

M. SAVADOGO Oumarou: Ph.D., président

M. TURENNE Sylvain : Ph.D., directeur

M. TROCHU François : Ph.D., codirecteur

M. LEXCELLENT Christian : Doctorat, membre

À ma famille et mes amis

REMERCIEMENTS

Je souhaite remercier les membres du jury :

Monsieur Oumarou SAVADOGO, professeur à l'École Polytechnique de Montréal au département génie physique et génie des matériaux pour avoir accepté de présider ce jury.

Monsieur Sylvain TURENNE, professeur à l'École Polytechnique de Montréal au département génie physique et génie des matériaux, pour m'avoir accepté dans son laboratoire et avoir dirigé ce travail tout au long de sa réalisation.

Monsieur François TROCHU, professeur au département génie mécanique, pour sa confiance, ses conseils et son encadrement.

Monsieur Christian LEXCELLENT, professeur à l'université de Franche-Comté au laboratoire de mécanique appliquée qui a accepté de faire partie de ce jury.

Je remercie Monsieur Sergei PROKOSHKIN pour l'aide apportée notamment sur l'interprétation des résultats par rayons X.

Je remercie également l'équipe de techniciens du département de génie physique et de génie des matériaux ainsi que ceux du département de génie mécanique pour leur soutien, leurs conseils techniques, et leur disponibilité.

Je tiens également à saluer Mr Olivier De LACHAPELLE pour sa participation en tant que stagiaire aux travaux de conception et de réalisation des machines d'essais.

Je tiens également à saluer la gentillesse de Joël BRÉARD pour la relecture de ce mémoire.

Sans oublier la «gang de chum» pour l'amitié et le soutien qui me laissera des souvenirs les plus agréables. Je pense particulièrement à Anas, Hutch, Aurore, Jérôme, Jef, Stef, Rico, Gelo, Pierre Alain, le cousin...

Mes remerciements seraient bien incomplets si je ne citais pas la contribution active de Vladimir BRAILOVSKI, associé de recherche au département de génie mécanique pour sa disponibilité ainsi que pour son aide scientifique, technique, et humaine inestimable qu'il m'a donnée tout au long de ces travaux (merci Vlad).

RÉSUMÉ

Ce travail vise au développement et à la validation d'une méthode expérimentale permettant une étude approfondie du phénomène de fatigue de l'alliage Ni-Ti soumis à un cyclage thermique à charge constante. Cette méthode expérimentale combine l'analyse macroscopique avec une analyse microstructurale *in situ* par rayons X. L'approche macromécanique permet d'analyser l'évolution des propriétés caractéristiques thermomécaniques de l'alliage par ce type de sollicitation. Un système mécanique engendrant le même type de sollicitation dans l'enceinte d'un diffractomètre de rayons X complètera la compréhension des modifications mises en jeu lors des cycles thermiques par une approche microstructurale.

Dans un premier temps, nous étudierons les effets du traitement thermique sur l'alliage Ni-Ti par des essais DSC et des mesures de dureté. Ces deux analyses combinées permettront de définir la température de traitement thermique optimale. Le comportement en fatigue de l'alliage sera ensuite étudié. L'analyse par rayons X va révéler trois mécanismes microstructuraux induits par les cycles thermomécaniques. Le premier concerne l'orientation des variantes de martensite lors des premiers cycles qui se traduit par l'augmentation de l'effet mémoire du matériau. Le second et le troisième seront associés respectivement au réarrangement des dislocations induites par la mise en forme de l'alliage et à l'accumulation de contraintes internes avec le cyclage. L'étendue de chacun de ces mécanismes va dépendre de plusieurs paramètres : la température de traitement thermique, la contrainte appliquée pendant l'essai et la contrainte appliquée pendant le recuit.

ABSTRACT

This study concerns the development of an experimental procedure to characterise the fatigue behaviour of Ni-Ti shape memory alloy subjected to thermal cycling under a constant applied load. This experimental technique combines the measure of macroscopic properties with the ray analysis of the alloy microstructure. The transformation temperatures, total recoverable strain and hysteresis effect are characterised up to 10000 heating and cooling cycles. The microstructural analysis performed under the same experimental conditions helps to understand the underlying mechanisms.

First, the effects of the heat treatment on the Ni-Ti alloy functional properties are assessed by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and microhardness measurements. These two analyses allow the determination of the optimal heat treatment temperature. Then fatigue behaviour of the heat treated Ni-Ti ribbon is studied by using microstructural and macrostructural analysis. The X-ray analysis will reveal three microstructural mechanisms induced by thermomechanical cycling. The first of them concerns the orientation of the martensite phase during the first cycles, they imply a growth of the memory effect of the alloy. The second and the third are respectively associated with reorganization of the dislocations induced by the cold working of the alloy prior to testing and the accumulation of internal stress during cycling. The extent of each mechanism depends on the following factors : the heat treatment conditions (temperature and applied stress) and the level of the applied stress during the fatigue testing.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACES.....	iv
REMERCIEMENTS.....	v
RÉSUMÉ.....	vii
ABSTRACT.....	viii
TABLE DES MATIÈRES.....	ix
LISTE DES FIGURES.....	xiii
LISTE DES TABLEAUX.....	xix
 INTRODUCTION.....	 1
 CHAPITRE 1 FATIGUE DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME NI-TI.....	 3
1.1 INTRODUCTION	3
1.2 SOLLICITATION CYCLIQUE	7
1.2.1 Définitions.....	7
1.2.2 Cycles mécaniques.....	9
1.2.3 Cycles thermiques	13
1.3 CYCLES THERMOMÉCANIQUES	23
1.3.1 Dégradation de l'effet mémoire simple sens	24
1.3.1.1 Introduction.....	24
1.3.1.2 Modification du taux de déformation.....	25
1.3.1.3 Évolution des températures de transformation de phase.....	29
1.3.2 Cycles superélastiques ou effet mémoire double sens assisté.....	33
1.4 SYNTHÈSE DE LA BIBLIOGRAPHIE	38

CHAPITRE 2 CARACTÉRISATION DU MATÉRIAU	39
2.1 PRINCIPES ET BUTS DES TRAITEMENTS THERMIQUES	39
2.1.1 Nécessité des traitements thermiques sur un AMF	40
2.1.2 Principe et but des traitements thermiques	40
2.1.3 Effets des traitements thermiques sur les AMF	42
2.2 OUTIL DE CARACTÉRISATION D'UN AMF	44
2.2.1 Caractérisation par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)	44
2.2.1.1 Principe général de mesure	45
2.2.1.2 Application aux alliages à mémoire de forme	46
2.2.1.3 Variabilité des mesures DSC	47
2.2.1.4 Préparation des échantillons.....	49
2.2.2 Mesure de microdureté Vickers	49
2.2.2.1 Principe de mesure	50
2.2.2.2 Précaution et mode opératoire pour une mesure de microdureté.....	51
2.2.2.3 Préparation de l'échantillon.....	51
2.3 CARACTÉRISATION DE L'ALLIAGE NI-TI.....	52
2.3.1 Mode opératoire	52
2.3.2 Résultats	52
2.3.2.1 Effet des températures sur l'alliage.....	53
2.3.2.2 Optimisation du traitement thermique	55
2.3.2.3 Évolution des températures de transformations de phases.....	56
 CHAPITRE 3 COMPORTEMENT EN FATIGUE DE L'ALLIAGE NI-TI	 58
3.1 DESCRIPTION DU BANC DE FATIGUE THERMIQUE À CHARGE CONSTANTE	59
3.1.1 Présentation du modèle	59
3.1.2 Spécification du banc de fatigue et choix technologique.....	61
3.1.3 Design du banc de fatigue macroscopique.....	62
3.1.4 Maintien des échantillons	64

3.2	GESTION ÉLECTRONIQUE DU BANC DE FATIGUE	65
3.2.1	Acquisition des données et commande des cycles thermiques	66
3.2.1.1	Mesure des températures	70
3.2.1.2	Chauffage des échantillons	73
3.3	COMPORTEMENT EN FATIGUE DE L'ALLIAGE Ni-Ti	82
3.3.1	Méthodologie expérimentale	83
3.3.2	Résultats des cycles de fatigue	83
3.3.2.1	Évolution des températures de transformation de phase	85
3.3.2.2	Évolution de l'effet mémoire $\Delta\epsilon$	87
3.3.3	Essais complémentaires	89

CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE DU		
COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE		92
4.1	PRÉSENTATION ET BUTS DE L'ANALYSE MICROSTRUCTURALE	92
4.2	BANC DE FATIGUE DÉDIÉE À L'ÉTUDE MICROSTRUCTURALE DE L'AMF	93
4.2.1	Principe de la diffraction des rayons X sur un cristal	93
4.2.1.1	Angle de Bragg	96
4.2.1.2	Le diffractomètre X'Pert	96
4.2.1.3	Mesure par diffraction des rayons X	98
4.2.1.4	Application des rayons X sur les AMF	98
4.2.2	Banc de mesure dédié à l'analyse de la fatigue des AMF par rayons X	101
4.2.2.1	Présentation du modèle	101
4.2.2.2	Conception du banc de fatigue rayons X	102
4.2.2.3	Montage général du banc de fatigue rayons X	105
4.2.2.4	Cyclage thermique de l'AMF	106
4.2.2.5	Préparation pour la mesure rayons X	107
4.3	RÉSULTATS	109
4.3.1	Mode opératoire	109

4.3.2	Présentation des clichés de diffraction.....	109
4.3.3	Paramètres caractérisant les clichés de diffraction	111
4.3.4	Analyse des clichés de diffraction	112
4.3.4.1	Évolution de la phase austénite.....	112
4.3.4.2	Évolution de la phase martensite et de la phase R	114
CHAPITRE 5 DISCUSSION.....		117
5.1	EFFETS DES CYCLES THERMIQUES À CONTRAINTE CONSTANTE	118
5.1.1	Caractérisation des effets du cyclage sur l'AMF	118
5.1.2	Modification de la phase austénite.....	119
5.1.3	Modifications de la phase martensitique.....	121
5.1.3.1	Orientation de la martensite	122
5.1.3.2	Stabilisation de la martensite	124
5.2	EFFET DU TRAITEMENT THERMIQUE SUR LE COMPORTEMENT DE L'ALLIAGE.....	125
5.2.1	Effet du recuit sur l'orientation de la martensite.....	127
5.2.2	Effet du recuit sur la stabilisation de l'alliage.....	128
5.3	EFFET DE LA CHARGE APPLIQUÉE.....	128
5.4	TRAITEMENT THERMIQUE SOUS CHARGE CONSTANTE	129
5.4.1	Principe et but	129
5.4.2	Effet sur le comportement en fatigue.....	130
5.5	EFFET DU CYCLAGE SUR LE COMPORTEMENT THERMIQUE DE L'ALLIAGE.....	132
5.5.1	Effet sur les températures $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$	133
5.5.2	Effet sur les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$	135
5.5.3	Transition de phase R.....	136
CONCLUSION.....		137
RÉFÉRENCES.....		140

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Différents types de comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme : a) comportement classique, b) pseudoélastique, c) mémoire double sens et d) mémoire simple sens (Patoor [2] heure, puis trempé dans l'eau froide (Miyasaki [4])).	14
Figure 1-10 : Effet des cycles thermiques sur les courbes de ré)).	6
Figure 1-2 : Représentation schématique des deux modes de chargement cyclique : a) cyclage thermique, amplitude de température supérieure à $\Delta T = A_F - M_F $; b) cyclage mécanique, amplitude de contrainte σ_a (Patoor [2])).	8
Figure 1-3 : Termes utilisés pour décrire la fatigue des alliages à mémoires de forme (Patoor [2])).	9
Figure 1-4 : Effet de la température de l'essai sur la durée de vie en fatigue d'un alliage Ti-50.8% Ni traité thermiquement à 400°C pendant une heure (Miyasaki [4])).	11
Figure 1-5 : Vie en fatigue de plusieurs alliages Ni-Ti (Miyazaki [4])).	11
Figure 1-6 : Amplitude de déformation (ε_a) versus vie en fatigue pour l'alliage Ti-50.9% Ni (Kim et Miyazaki [5])).	12
Figure 1-7 : Contrainte versus nombre de cycles pour l'alliage Ti-50.9% Ni (Kim et Miyazaki [5])).	12
Figure 1-8 : Effet du traitement thermique sur la vie en fatigue d'un alliage Ti-50.8% Ni testé à température ambiante (Miyazaki [4])).	13
Figure 1-9 : Température de transformation en fonction du nombre de cycles thermique pour l'alliage Ti-49.8% Ni traité thermiquement à 1000°C pendant une systivité en fonction de la température a) Ti-49.8% Ni, b) Ti-51.6% Ni. c) Ti-51.6% Ni qui ont subi un vieillissement contrôlé à 400°C pendant une heure après un traitement à 1000°C [4]).	18

Figure 1-11 : Effet des cycles thermiques sur la résistivité d'un alliage Ti-49.8% Ni recuit pendant une heure après une mise en forme à froid [4].	19
Figure 1-12 : Évolution de M_s en fonction du nombre de cycles et de la déformation initiale (Miyazaki [4]).	20
Figure 1-13 : Croissance des précipités de Ti_2Ni avec le cyclage thermique [7].	21
Figure 1-14 : Variation de la chaleur latente de transformation en fonction du nombre de cycles (essai par DSC) [7].	21
Figure 1-15 : Évolutions des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles : a) sans précipités de Ti_2Ni, b) avec précipités de Ti_2Ni [7].	21
Figure 1-16 : Cycles thermiques de DSC réalisés sur l'alliage Ti-51.0% Ni (Tadaki et al [11]).	22
Figure 1-17 : Effet du cyclage thermique sur la température prémartensitique T_R (Pelosin et al. [8]).	23
Figure 1-18 : Évolution des relations contrainte-déformation-température pendant le processus d'éducation thermomécanique d'un alliage Ni-Ti (Patoor [2]).	25
Figure 1-19 : Exemple d'évolution de la déformation en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ni-Ti Cu (Bigeon et Morin [20]).	27
Figure 1-20 : Déformation permanente d'un alliage Ni-Ti en fonction du nombre de cycles et de la charge : a) 135 MPa, b) 270 MPa, c) 405 MPa et d) 540 MPa (Zimmerman [17]).	27
Figure 1-21 : Enthalpie de transformation mesurée juste après la rupture pour un alliage Ni-Ti [20].	28
Figure 1-22 : Évolution des déformations en fonction du nombre de cycles; a) traitement thermique 400°C/30 minutes; b) traitement thermique 550°C/30 minutes [18].	28
Figure 1-23 : Évolution des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ti-55% Ni [19].	30

Figure 1-24 : Hystérésis thermique en fonction du nombre de cycle : a) alliage recuit à 400°C pendant 30 minutes, b) alliage recuit à 550°C pendant 30 minutes [18].	31
Figure 1-25 : Fatigue d'un ressort Ni-Ti-Cu en fonction du nombre de cycles et de sa déformation contrôlée [21].	32
Figure 1-26 : Cycle superélastique caractéristique.	33
Figure 1-27 : Effet de la déformation cyclique a) déformation résiduelle. b) contrainte critique d'induction de la martensite, c) déformation d'hystérésis [15].	35
Figure 1-28 : Réponse de la contrainte critique d'induction de martensite en fonction du nombre de cycles et de la température de l'essai [14].	36
Figure 1-29 : Effet du cyclage superélastique sur les courbes contrainte-déformation des alliages à base de Ni-Ti ayant des microstructures spécifiques [4].	37
Figure 2-1 : Appareil de mesure DSC <i>TA Instrument</i>.	46
Figure 2-2 : Mesure des températures de transformation de phase par DSC.	47
Figure 2-3 : Influence des paramètres liés à l'échantillon sur la mesure DSC, a) influence de la vitesse de balayage, b) influence de la masse de l'échantillon.	48
Figure 2-4 : Diagramme DSC : effet du traitement thermique sur l'alliage Ni-50.1% Ti (400, 500, 550, et 700 Deg.C 1 heure suivi d'une trempe).	53
Figure 2-5 : Influence de la température de recuit sur la chaleur latente de transformation et la dureté de la phase martensitique.	54
Figure 2-6 : Optimisation du traitement thermique.	55
Figure 2-7 : Évolution des températures de transformations de phases de l'alliage Ni-50.1% Ti en fonction de la température du traitement thermique mesurées par DSC.	56
Figure 3-1 : Cycle thermique caractéristique à charge constante.	59
Figure 3-2 : Cycle thermique à charge constante d'un AMF [2].	61
Figure 3-3 : Schéma de la machine de fatigue.	64

Figure 3-4 : Photographie des échantillons préparés et de leurs attaches.	65
Figure 3-5 : Schéma du montage de commande du cyclage thermique.	66
Figure 3-6 : Tableau de commande de la machine de fatigue.	67
Figure 3-7 : Schéma des thermocouples pour la machine de fatigue.	72
Figure 3-8 : Disposition des thermocouples pour la caractérisation de l'homogénéité des températures du ruban lors du chauffage par effet Joule.	74
Figure 3-9 : Caractérisation de l'homogénéité des températures par effet Joule le long d'un ruban Ni-Ti.	76
Figure 3-10 : Disposition des thermocouples pour la caractérisation de l'homogénéité de la température du ruban par chauffage par convection.	77
Figure 3-11 : Homogénéité de la température le long d'un ruban Ni-Ti par chauffage par convection.	78
Figure 3-12 : Comparaison de cycles thermiques à charge constante obtenus sur l'alliage Ni-Ti par chauffage convection et par effet Joule.	79
Figure 3-13 : Définition des mesures des températures de transformations de phase, des déformations et de l'effet mémoire à partir des cycles de fatigues thermiques à charge constante.	82
Figure 3-14 : Représentation des 10 000 cycles thermiques sous une charge de 55 MPa obtenus avec l'alliage 49,9% Ni-Ti traité thermiquement aux températures de : a) 475°C, b) 550°C, c) 625°C pendant une heure suivi d'une trempe.	84
Figure 3-15 : Température de transformation de phase en fonction des cycles thermiques à charge constante, recuit : a) 475°C, b) 550°C et c) 625°C.	86
Figure 3-16 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques pour les recuits a) 475°C, b) 550°C et c) 625°C.	88
Figure 3-17 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 100 MPa (recuit 550°C une heure suivi d'une trempe).	89

Figure 3-18 : Évolution des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 100 MPa.	90
Figure 3-19 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 55 MPa (traitement thermique effectué à 550°C pendant une heure suivi d'une trempe sous une charge constante de 55 MPa).	91
Figure 4-1 : Diffraction d'un rayon X sur un cristal.....	95
Figure 4-2 : Disposition des éléments du diffractomètre X'Pert.....	97
Figure 4-3 : Structure cristalline de l'alliage Ni-Ti, a) maille élémentaire de la phase austénitique; b) maille élémentaire de la phase martensitique.....	99
Figure 4-4 : Cliché de diffraction rayons X d'un alliage 49.9% Ni-Ti : a) phase austénite; b) phase martensite.	100
Figure 4-5 : Dessin général et photographie du banc de fatigue rayons X.	104
Figure 4-6 : Mise en position de l'échantillon sur le banc de mesure pour les mesures de diffraction par rayons X.	107
Figure 4-7 : Spectres de diffraction des rayons X de la phase austénite (A) mesurés à 100°C pour différents cycles thermiques (contrainte appliquée 52 MPa).	110
Figure 4-8 : Spectres de diffraction des rayons X de la phase martensitique (M) mesurés à 10°C pour différents cycles thermiques (contrainte appliquée 51.7 MPa).	110
Figure 4-9 : Évolution de a) B_{110}^{B2}, b) $2\theta_{110}^{B2}$ et c) I_{110}^{B2} en fonctions du nombre de cycles thermomécaniques.....	113
Figure 4-10 : Évolution de $B_{020}^{B19'}$ en fonction du nombre de cycles thermomécaniques.....	115
Figure 4-11 : Évolution des intensités $I_{hkl}^{B19'}$ en fonction du nombre de cycles.....	115
Figure 4-12 : Évolution des coordonnées angulaires $2\theta_{111}^{B19'}$ et $2\theta_{111}^{B19'}$ en fonction du nombre de cycles thermomécaniques.....	116

Figure 5-1 : Effet mémoire $\Delta\epsilon$ en fonction du nombres de cycles thermiques sous la contrainte constante 5 MPa (température de traitement thermique : 550°C pendant une heure suivi d'une trempe).	119
Figure 5-3 : Déformation par mouvement de l'interface entre deux variantes.	124
Figure 5-4 : Représentation de $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles et de la température de traitement thermique.	126
Figure 5-5 : Effet de la charge sur l'orientation de la martensite.	129
Figure 5-6 : Effet d'un traitement thermique à 550°C sous une charge constante de 55 MPa sur l'évolution des déformations ϵ_A et ϵ_M en fonction du nombre de cycles.	131
Figure 5-7 : Effet d'un traitement thermique à 550°C sous une charge constante de 55 MPa sur l'évolution de $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles.	131
Figure 5-8 : Évolution de la largeur d'hystérésis H_T ($H_T=A_S-M_F$) en fonction de la température de traitement thermique et du nombre de cycles thermomécaniques.	133
Figure 5-9 : Évolution de la dureté de la martensite en fonction du nombre de cycles thermiques.	134
Figure 5-10 : Influence des cycles thermiques sur la transformation R ($\sigma=55\text{Mpa}$). ...	136

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Effet du cyclage thermique sur des alliages à base de Ni-Ti (Miyasaki[4].	17
Tableau 2 : Températures de transformation en fonction du nombre de cycles : a) traitement à 400°C, b) traitement à 550°C [18].....	31
Tableau 2-1 : Description des mécanismes de restauration par recuit.....	43

Introduction

Il est établi que les alliages à mémoire de forme sont sujets à des modifications de leurs propriétés remarquables lors de cycles thermomécaniques. Le comportement en fatigue de ces matériaux est conditionné par différents mécanismes qui agissent sur la microstructure de ces alliages. Ces mécanismes de fatigue que l'on retrouve chez les matériaux usuels incluent des phénomènes de création et de propagation de fissures, auxquelles se superposent les effets propres aux AMF liés à la transformation martensitique. L'étude de ce matériau devient complexe du fait de la superposition des actions des composantes thermiques et mécaniques sur les transformations de phase. Différents types de test de fatigue peuvent être utilisés pour caractériser l'évolution de la transformation de phase martensite \leftrightarrow austénite :

- Fatigue mécanique : la température reste constante, la contrainte varie ;
- Fatigue thermique : la contrainte reste constante, la température varie ;
- Fatigue thermomécanique : la température et la contrainte varient.

Si l'utilisation des propriétés de l'AMF dépend des caractéristiques de la transformation martensitique (températures de transformation, effet mémoire), il est intéressant d'étudier la dégradation de ces caractéristiques durant des cycles de fatigue pour prédire la stabilité d'un système mécanique utilisant cet alliage.

L'étude, présentée ici, caractérise expérimentalement le comportement en fatigue d'un alliage à mémoire de forme 49.9% Ni-Ti soumis à des cycles thermiques à charge constante. Cette méthode expérimentale combine l'analyse macroscopique avec une analyse microstructurale *in situ* par diffraction de rayons X. L'approche macroscopique va décrire le comportement du matériau à travers l'évolution de ces températures de

transformation de phase ainsi que de l'effet mémoire double sens assisté en fonction du nombre de cycles thermomécaniques. La seconde approche, utilisant la diffraction des rayons X, caractérisera les évolutions microstructurales du matériau. Ces deux aspects complémentaires permettront de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la fatigue de l'AMF pour ce type de sollicitation afin d'en prédire son comportement.

Le premier chapitre de ce mémoire est un aperçu des résultats de la littérature décrivant le comportement en fatigue de l'alliage Ni-Ti soumis à différents types de sollicitations thermomécaniques. La caractérisation du matériau, utilisé pour les essais de fatigue, est présentée au chapitre 2 où une méthode expérimentale d'optimisation du traitement thermique est développée. Le chapitre 3 présente la machine utilisée pour l'étude macroscopique du comportement en fatigue du matériau et présente les résultats obtenus sur 10000 cycles. L'évolution du comportement de l'alliage sera caractérisée à travers ses températures de transformation de phase et de l'effet mémoire double sens assisté. Pour compléter l'analyse macroscopique, le chapitre 4 présente une machine de fatigue engendrant le même type de sollicitation mais dédiée à une analyse par diffraction des rayons X. Les résultats présentés dans ce chapitre mettront en évidence l'évolution de la microstructure du matériau en fonction du nombre de cycles. C'est au chapitre 5 que les deux approches seront mises en parallèles pour comprendre les évolutions des propriétés de l'alliage par ses évolutions microstructurales.

Chapitre 1 Fatigue des alliages à mémoire de forme Ni-Ti

1.1 Introduction

D'après Pomey (Leboiteux [1]), la notion de fatigue (ou endommagement par fatigue) se définit par la modification des propriétés des matériaux durant l'application de cycles d'efforts. La répétition de ces cycles peut conduire à la rupture des pièces. L'expérience en industrie montre que la rupture de pièces de machines ou de systèmes mécaniques en fonctionnement normal est le plus souvent due à la fatigue. Celle-ci est d'autant plus insidieuse du fait de son caractère progressif et masqué. Si la fatigue est assez bien connue dans les matériaux classiques, elle n'en reste pas moins un phénomène statistique dépendant de nombreuses variables structurales. L'utilisation des alliages à mémoire de forme dans des dispositifs industriels nécessite une bonne connaissance de leur comportement en fatigue. En effet, une utilisation répétitive entraîne une évolution microstructurale du matériau et par conséquent, une modification de son comportement thermomécanique. La fatigue des matériaux à mémoire de forme peut se produire de différentes façons et elle est influencée par plusieurs paramètres. Cependant, elle trouve toujours son origine dans une modification irréversible de la microstructure du matériau. Afin d'obtenir une meilleure compréhension de ce phénomène, il est nécessaire de considérer le comportement en fatigue des matériaux métalliques ordinaires tout en apportant une attention particulière au mécanisme de déformation associé à la transformation martensitique, phénomène physique à la base des propriétés remarquables des alliages à mémoire de forme.

Dans les alliages métalliques tels que les Ni-Ti, l'effet mémoire de forme est lié à la transformation cristallographique réversible produisant une phase stable à basse température dite martensite notée α_M ou B19' à partir d'une phase stable à haute température dite austénite notée β et vice versa. L'austénite de structure cubique à face centrée se transforme en structure cubique centrée ou quadratique centrée. De tels domaines se présentent soit sous forme lenticulaire, soit sous forme de plaquettes allongées dites variantes de martensite.

La transformation martensitique est donc une transformation de phase particulière de l'état solide qui se caractérise succinctement par les propriétés suivantes :

- transformation sans diffusion, c'est à dire que même s'il se produit un processus diffusif, il n'est pas essentiel à la transformation :
- transformation impliquant une déformation homogène du réseau qui conduit à un changement de forme macroscopique.

La définition de fatigue pour les AMF doit être approfondie afin de tenir compte de la transformation martensitique. Les différents comportements associés à l'effet mémoire peuvent être utilisés selon différentes combinaisons thermomécaniques. Patoor [2] précise les conditions des essais thermomécaniques utilisés le plus couramment pour caractériser les alliages à mémoire de forme :

- 1- *Cycles thermiques purs* : $\sigma = 0$ pour $\beta \rightarrow \alpha_M$ et $\alpha_M \rightarrow \beta$ avec un balayage en température traversant l'hystérésis des températures de transformation. Cet essai ne produit aucune déformation dans le matériau;
- 2- *Effet mémoire simple sens* : $\sigma \neq 0$ pour $\beta \rightarrow \alpha_M$ ou dans l'état α_M , et $\sigma = 0$ pour $\alpha_M \rightarrow \beta$ est nécessaire pour réaliser l'effet mémoire simple sens;

- 3- *Superélasticité* : $\sigma \neq 0$ à température constante de même que pour $\alpha_M \rightarrow \beta$:
- 4- *Déformation* $\varepsilon = 0$: ceci représente un système totalement contraint dans lequel les contraintes sont maximales : pour l'effet mémoire double sens, cela implique qu'une contrainte peut être créée pendant le chauffage et relaxée pendant le refroidissement:
- 5- $\varepsilon \neq 0$ pour la formation ou la disparition de l'état martensitique. La transformation inverse $\alpha_M \rightarrow \beta$ créera une contrainte pour $\varepsilon = 0$.

La Figure 1-1 compare l'évolution de la contrainte σ , de la déformation ε et de la température T pour les quatre principaux comportements des AMF.

Toutes ces formes de sollicitations décrites précédemment sont sujettes au phénomène de fatigue. si les cycles de température, de contrainte ou de déformation sont réalisés de façon répétitive.

Nous allons dans ce chapitre rassembler différents résultats et analyses publiés dans la littérature concernant l'alliage Ni-Ti soumis à des sollicitations thermomécaniques cycliques. Ce travail, nécessaire pour la compréhension du phénomène de fatigue sur les alliages à mémoire de forme, tentera de traiter l'aspect macroscopique par une description de l'évolution générale des propriétés des AMF, ainsi que l'aspect microstructural. Pour cela nous distinguerons chaque type de sollicitations thermomécaniques afin de mieux discerner leur effet respectif sur l'alliage. Après une définition des sollicitations cycliques, nous traiterons des sollicitations mécaniques puis thermiques, et enfin des sollicitations thermomécaniques, combinaisons des précédentes.

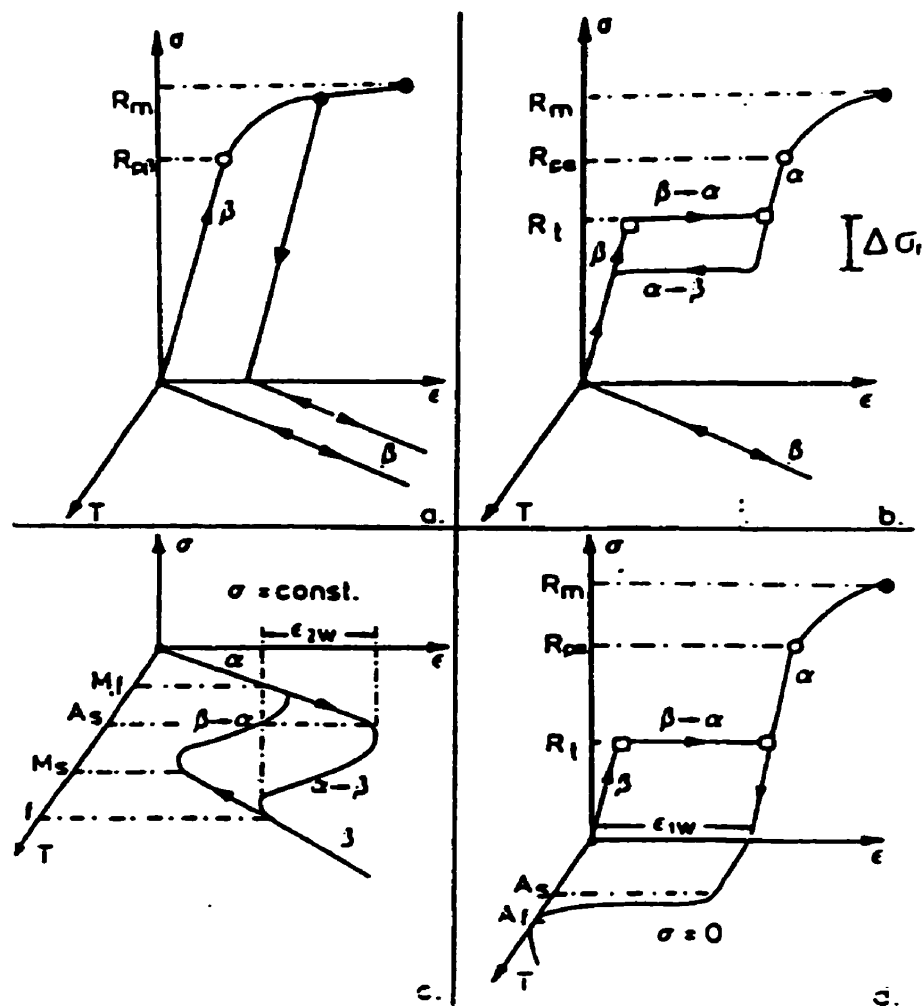


Figure 1-1 : Différents types de comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme : a) comportement classique, b) superélastique, c) mémoire double sens et d) mémoire simple sens (Patoor [2]).

1.2 Sollicitation cyclique

1.2.1 Définitions

Toutes les formes de sollicitations décrites précédemment sont donc sujettes au phénomène de fatigue si les cycles de température, de contrainte ou de déformation sont réalisés de façon répétée. L'étude de la fatigue chez les alliages à mémoire de forme devient plus complexe que pour les matériaux classiques du fait de la transformation de phase. On distingue en général plusieurs modes de sollicitations thermomécaniques : des cycles thermiques et/ou des cycles mécaniques. On peut observer dans un cycle soit une transformation de phase partielle ou complète au sein du matériau, soit des cyclages sans transformation de phase, notamment dans la phase martensitique où le cycle de chargement devient un cycle de réorientation des variantes de martensite. Meunier [3] définit les termes suivants :

Cycles thermiques : cycles de transformation induits thermiquement sans contrainte ne présentant comme déformation macroscopique qu'une dilatation volumique (thermique) de transformation. La température varie de part et d'autre des températures de transformation ; la contrainte externe est nulle et le matériau n'effectue pas de travail mécanique. La Figure 1-2 illustre le cyclage thermique qui s'effectue dans un intervalle de température $\Delta T \geq |A_F - M_F|$ entre A_F et M_F .

Cycles mécaniques : cycles soumettant l'alliage à une contrainte cyclique à température constante (Figure 1-2). Pour le cyclage mécanique, le niveau de température de l'essai va déterminer différents cas de figure. Pour $T > A_F$, on observe des phénomènes de fatigue conventionnelle associés à la phase stable à haute température β (austénite). Si $T < M_F$, l'essai mécanique concerne la phase basse température (martensite).

Cycles thermomécaniques : cycles où la température varie et la contrainte effective (interne ou externe) est non nulle, constante ou variable. Les états thermomécaniques, imposés durant le cycle, induisent la transformation martensitique et/ou inverse ou bien provoquent une réorientation cyclique des variantes de martensite.

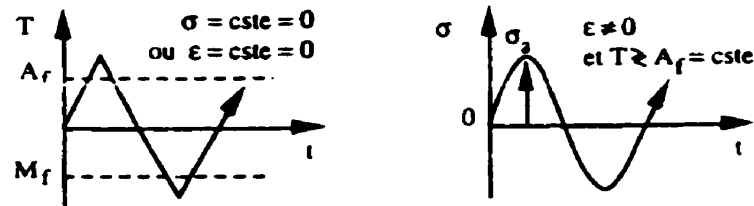


Figure 1-2 : Représentation schématisée des deux modes de chargement cyclique : a) cyclage thermique, amplitude de température supérieure à $\Delta T = |A_F - M_F|$; b) cyclage mécanique, amplitude de contrainte σ_a (Patoor [2]).

Dans tous les cas, on distingue deux types de fatigue pour les alliages à mémoire de forme : une fatigue mécanique ou une fatigue de mémoire de forme (Figure 1-3 [2]). Dans le premier cas, les propriétés mécaniques sont affectées de la même façon que dans les matériaux plus usuels par un durcissement, puis par la création et la propagation de fissures pouvant conduire à la rupture. Dans le second cas, ce sont les caractéristiques propres de la transformation martensitique qui évoluent par une modification des températures de transformation de phase et/ou des taux de déformation du matériau en phase austénite et martensite. Dans les deux cas, on explique l'origine de ces deux types de fatigue par des défauts microstructuraux irréversibles qui s'accumulent dans la structure du matériau au cours de cycles thermomécaniques.

La plupart des auteurs s'accordent pour penser que les dislocations, les précipités ainsi que la présence d'austénite résiduelle joue un rôle important dans les phénomènes de fatigue. Patoor [2] met en avant également l'importance des interfaces austénite–

martensite ainsi que les interfaces entre les variantes, de même que les joints de macles à l'intérieur de la martensite.

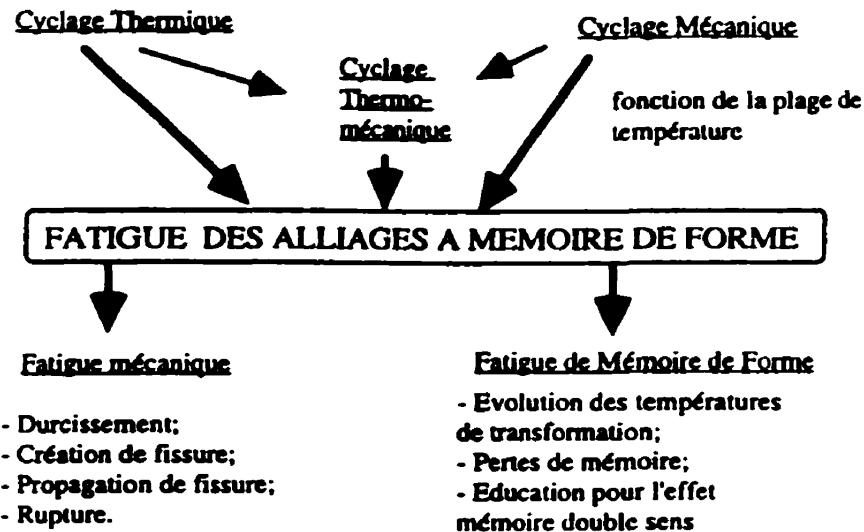


Figure 1-3 : Termes utilisés pour décrire la fatigue des alliages à mémoires de forme (Patoor [2]).

1.2.2 Cycles mécaniques

L'analyse de la vie en fatigue des alliages à mémoire de forme nécessite une bonne connaissance des phénomènes de fatigue présents chez les matériaux métalliques classiques. Le cyclage mécanique conduit à une fatigue par accumulation de défauts, caractérisée par une période d'amorce de fissure, de propagation stable, puis instable, suivie enfin d'une rupture. Ce mécanisme de fatigue se retrouve chez les AMF même si les effets de la transformation martensitique influencent la durée des étapes. La durée de vie d'un alliage à mémoire de forme va dépendre de l'amplitude de la contrainte imposée par les cycles mécaniques ainsi que de la température de l'essai considérée par rapport à la température de transformation M_s . On peut trouver dans la littérature plusieurs

résultats où des méthodes conventionnelles de caractérisation de la fatigue ont été appliquées aux alliages à mémoire de forme.

Miyazaki [4] (Figure 1-4 et Figure 1-5) et Kim [5] (Figure 1-6 et Figure 1-7) présentent plusieurs résultats relatifs à la durée de vie en fatigue de plusieurs alliages Ni-Ti pour des températures supérieures à A_f . Par exemple, la Figure 1-4 montre l'effet de la température des essais de tension-compression cycliques sur la vie en fatigue d'un alliage Ti-50.8% Ni. Les résultats mettent en évidence deux types de comportement en fatigue. L'évolution en fatigue du matériau est continue pour des hautes températures, alors que les essais réalisés à plus basse température se décomposent en deux portions linéaires présentant une forte pente jusqu'à 3.10^3 cycles, puis par la suite une pente plus faible. L'intersection des deux droites correspond à la contrainte critique pour induire de la martensite à la température de l'essai. La Figure 1-4 montre que la valeur du changement de pente augmente en contrainte avec la température de l'essai avec un même alliage pour obtenir une évolution linéaire de la durée de vie en fatigue à partir de la température 90°C. Cette augmentation devrait normalement être une fonction linéaire de la température, mais une contrainte maximale d'induction de la martensite est observée et une limite d'écoulement survient à haut niveau de contrainte. Kim et Miyazaki [5] montrent à la Figure 1-6 et à la Figure 1-7 d'autres résultats de vie en fatigue pour un alliage Ti-50.9% Ni. Il observe en règle générale que la durée de vie de l'alliage augmente lorsque la température de l'essai diminue, jusqu'à atteindre une limite de déformation où l'évolution du matériau n'est plus influencée par la température de l'essai.

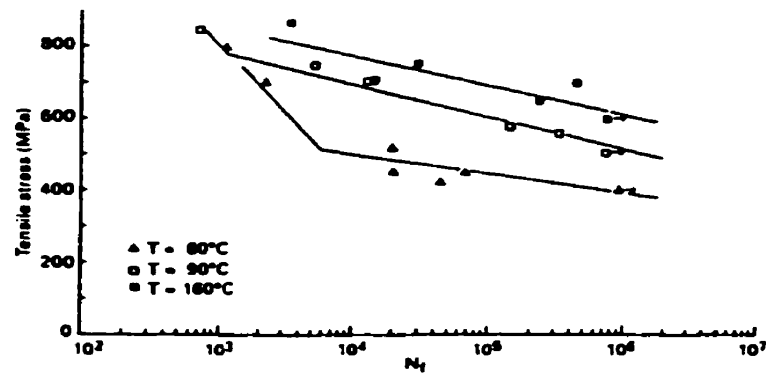


Figure 1-4 : Effet de la température de l'essai sur la durée de vie en fatigue d'un alliage Ti-50.8% Ni traité thermiquement à 400°C pendant une heure (Miyasaki [4]).

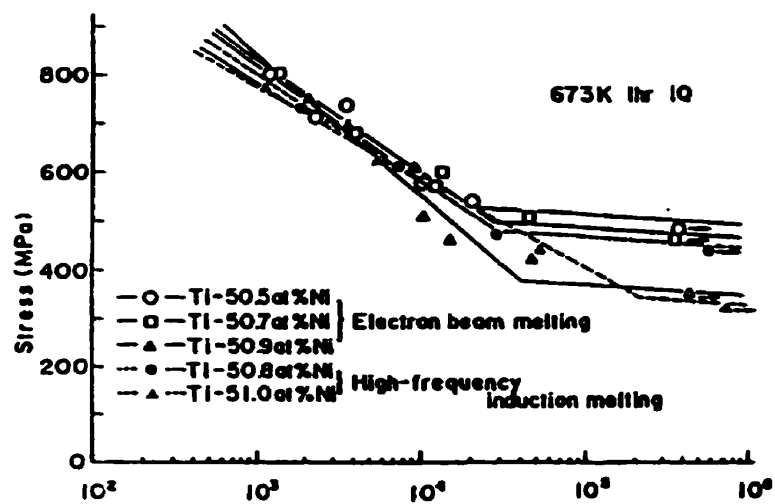


Figure 1-5 : Vie en fatigue de plusieurs alliages Ni-Ti (Miyazaki [4]).

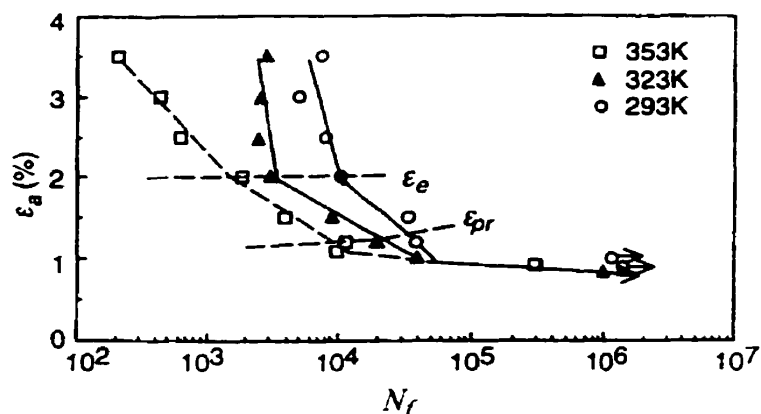


Figure 1-6 : Amplitude de déformation (ϵ_a) versus vie en fatigue pour l'alliage Ti-50.9% Ni (Kim et Miyazaki [5]).

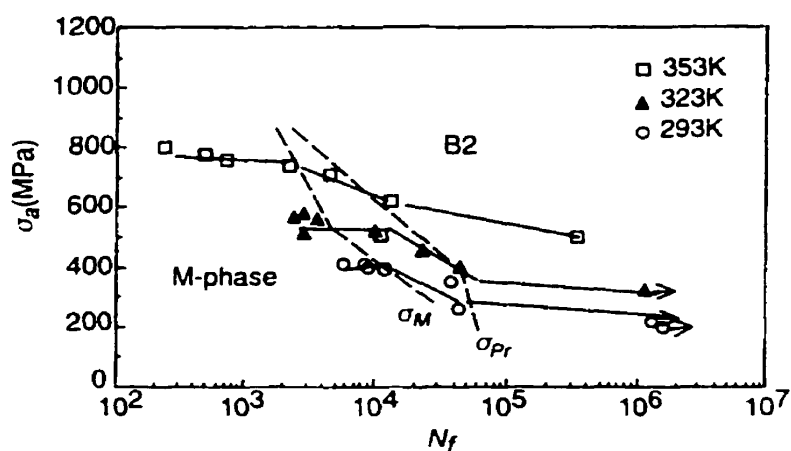


Figure 1-7 : Contrainte versus nombre de cycles pour l'alliage Ti-50.9% Ni (Kim et Miyazaki [5]).

La microstructure initiale de l'alliage joue aussi un rôle important dans le comportement en fatigue. Par différents traitements thermiques réalisés sur un alliage Ti-50.8% Ni (400°C 1h et 1000°C 1h → 400°C 1h), Miyazaki crée des microstructures particulières pour chacun de ses échantillons, qui change la relaxation des contraintes internes dans l'alliage tout en entraînant la présence de particules intermétalliques dans celui-ci. De ces essais, il conclut que la combinaison du champ de dislocations et la présence de

précipités au sein du matériau augmente la durée de vie en fatigue de l'alliage en observant un comportement en durée de vie 10 fois supérieur pour l'échantillon traité à 400°C (Figure 1-8).

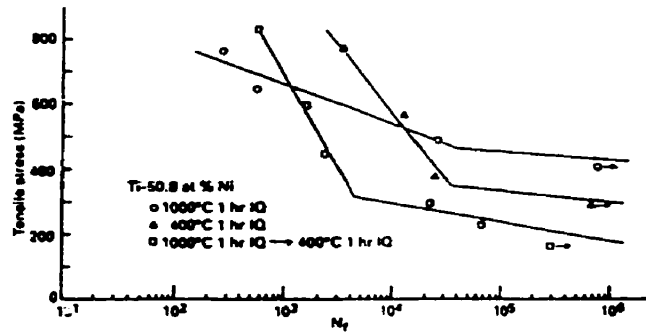


Figure 1-8 : Effet du traitement thermique sur la vie en fatigue d'un alliage Ti-50.8% Ni testé à température ambiante (Miyazaki [4]).

1.2.3 Cycles thermiques

Le cyclage thermique des alliages à mémoire de forme se situe généralement dans un intervalle de température compris autour de A_F et M_F . La formation répétée de la martensite d'origine thermique conduit à des modifications microstructurales propres à chaque alliage. Ces modifications microstructurales affectent toutes les propriétés caractéristiques reliées à la transformation martensitique notamment les températures de transformation. Pour la majorité des alliages à mémoire de forme, le cyclage thermique pur à $\sigma = 0$ aboutit à un durcissement qui est d'autant plus marqué chez les matériaux où la transformation s'accompagne d'une variation de volume [2]. Les alliages à base de Ni-Ti présentent un durcissement minimal du fait de leur limite élastique R_p faible. Plusieurs résultats relatifs au cyclage thermique pour l'alliage Ni-Ti font l'unanimité. On retrouve en effet dans la littérature une série de tendances convergentes relatives aux évolutions des propriétés des alliages à mémoire de forme en fonction des cycles thermiques. Ces tendances s'établissent comme suit :

- a) Diminution des températures M_S et M_F [4, 6-11] (Figure 1-9, [4]). Le cyclage thermique forme un champ de dislocations suffisamment important dans le matériau pour diminuer les températures de transformation martensitique.
- b) Augmentation de la différence des températures M_S-M_F [4, 11] (Figure 1-9, [4]). Ce phénomène s'explique par le fait que l'intensité du champ de contrainte interne décroît avec la distance par rapport aux dislocations. La température effective de transformation locale dans le matériau diffère de la position dans la structure.
- c) Évolutions rapides de M_S et M_F lors des premiers cycles thermiques [4, 7-9, 11] (Figure 1-9, [4]). La densité de dislocations croît rapidement lors des premiers cycles thermiques pour se stabiliser après un certain nombre de cycles du fait de la dureté accrue du matériau. Les températures M_S et M_F suivent ce cheminement microstructural.

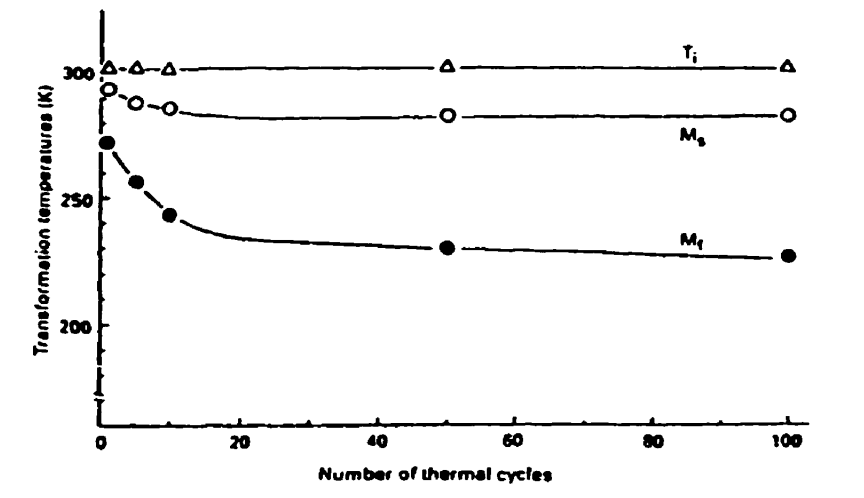


Figure 1-9 : Température de transformation en fonction du nombre de cycles thermique pour l'alliage Ti-49.8% Ni traité thermiquement à 1000°C pendant une heure, puis trempé dans l'eau froide (Miyasaki [4]).

Comme le montre la Figure 1-9, ces phénomènes sont composés d'un état transitoire concernant généralement les 20 premiers cycles thermiques où les caractéristiques de l'alliage évoluent rapidement suivi d'une stabilisation. Cette tendance sera plus ou moins marquée en fonction de la composition de l'alliage, mais surtout de son état microstructural initial, c'est-à-dire dépendant du champ de dislocations créé dans le matériau par les premiers cycles de contrainte ainsi que du nombre de précipités présents.

Ces deux facteurs, soit les dislocations et les précipités, semblent être les raisons qui expliquent le comportement unique de chaque matériau à mémoire de forme. Plusieurs auteurs se sont attachés à étudier l'influence des précipités et de la densité de dislocations sur le comportement des alliages à base de Ni-Ti soumis à un cyclage thermique. Miyazaki [4] rapporte plusieurs résultats relatifs à la stabilisation de plusieurs alliages Ni-Ti face au cyclage thermique suite à des traitements thermiques spécifiques. En comparant des essais de résistivité, Miyazaki observe un comportement particulier pour chaque échantillon.

Comme le montre le Tableau 1 [4], chaque alliage possède une microstructure spécifique suite à chaque traitement thermique. Il en résulte des comportements différents lorsque le matériau est soumis à des cycles thermiques particuliers pour chaque type de microstructure.

Miyazaki [4] observe en effet, pour les alliages riches en Ni, qu'il est possible d'obtenir de fins précipités Ti_3Ni_4 qui se révèlent efficaces contre les effets du cyclage thermique stabilisant l'alliage (Figure 1-10). La formation du précipité à l'intérieur de la matrice diminue le nickel en solution, mais augmente la contrainte interne autour du précipité, ce qui a pour effet de diminuer le mouvement des dislocations dans le matériau, et ainsi donner un état de stabilisation plus rapide [9]. En effet, Stroz et al. [9] observe ce phénomène au moyen d'une analyse microscopique à l'aide d'un microscope à

transmission. Il décrit l'interaction entre les précipités et les dislocations par le mécanisme d'Orowan observé dans un alliage Ti-49% Ni.

Un vieillissement à plus haute température fait croître la taille des précipités, ce qui diminue la contrainte critique d'induction [4, 26, 27]. Ainsi la température M_s diminue avec le nombre de cycles, alors que la température T_R de la transition rhomboédrique augmente.

De plus, la stabilisation du matériau en cyclage thermique est obtenue par un recuit effectué à une température inférieure à la température de recristallisation. Ceci permet de limiter la relaxation des contraintes internes introduites dans le matériau par la mise en forme [4, 10], et se traduit par une augmentation de la dureté du matériau. La création de nouvelles dislocations par cyclage thermique susceptible de modifier les propriétés de l'alliage devient alors limitée. Le cyclage thermique réarrange les dislocations de mise en forme, ce qui augmente la contrainte critique d'induction de la martensite et compense ainsi les effets des cycles thermiques [4, 10]. On observe alors expérimentalement des températures M_s constantes (Figure 1-11).

Il est important de noter que la densité de dislocations dans le matériau est un des paramètres de contrôle de la fatigue. Miyazaki [4] observe que les effets d'un précyclage mécanique sont semblables à ceux du recuit à une température inférieure aux températures de recristallisation. Cependant, cela demande de grandes déformations, ce qui nuit par la suite aux propriétés de mémoire de forme de l'alliage.

Tableau 1 : Effet du cyclage thermique sur des alliages à base de Ni-Ti (Miyazaki [4]).

Proportion Ni	Traitement thermique	Influence des cycles thermiques	Structure interne
49.8	1000°C + trempe	oui	Aucun
50.6	1000°C + trempe	oui	Aucun
51.6	1000°C + trempe	oui	Aucun
49.8	1000°C + trempe	oui	Aucun
50.6	1000°C + trempe	non	Précipités
51.6	1000°C + trempe puis 400°C + trempe	non	Précipités
49.8	400°C + trempe	non	RTD
49.8	1000°C + trempe précontraint 20%	non	D S
49.8	1000°C + trempe précontraint 4.6%	oui	S F

RTD : réarrangement thermique des dislocations;

DS : durcissement structural;

SF : structure fragilisée

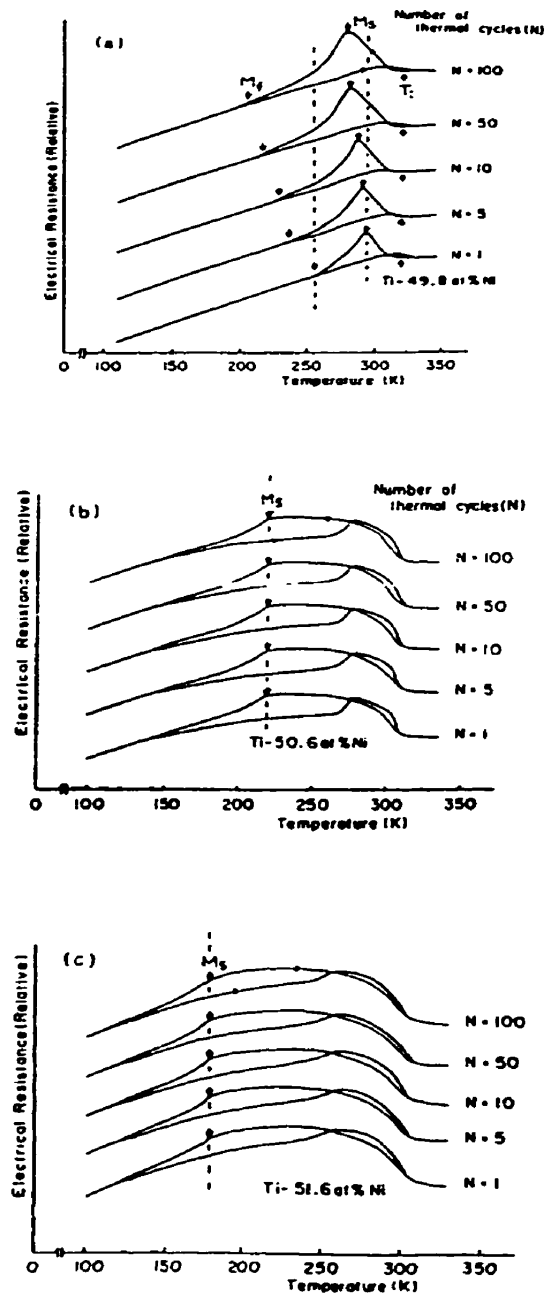


Figure 1-10 : Effet des cycles thermiques sur les courbes de résistivité en fonction de la température a) Ti-49.8% Ni, b) Ti-51.6% Ni, c) Ti-51.6% Ni qui ont subi un vieillissement contrôlé à 400°C pendant une heure après un traitement à 1000°C (Miyazaki [4]).

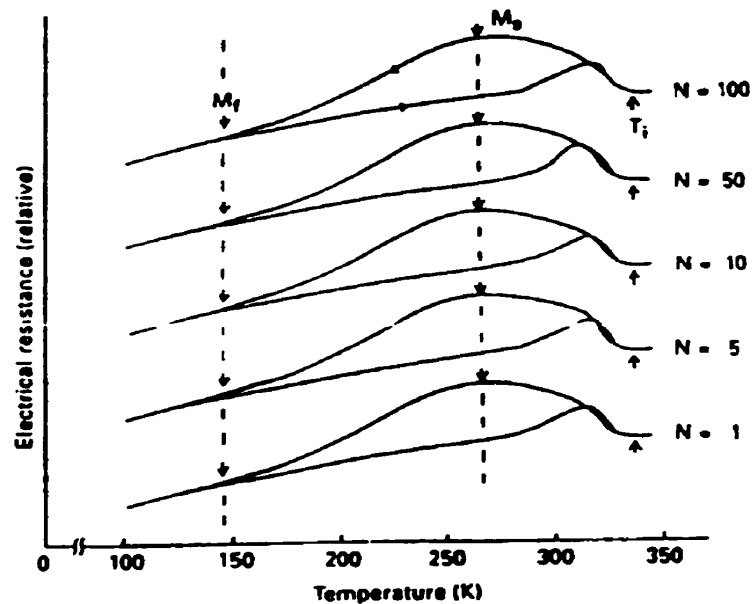


Figure 1-11 : Effet des cycles thermiques sur la résistivité d'un alliage Ti-49.8% Ni recuit pendant une heure après une mise en forme à froid (Miyazaki [4]).

L'ensemble des essais menés par Miyazaki [4] démontre clairement que l'introduction des dislocations dans le matériau permet de stabiliser rapidement l'alliage. La Figure 1-12 illustre l'évolution de M_s pour un alliage Ti-49.8% Ni ayant subi différents niveaux de déformation avant d'être cyclé thermiquement. Lorsque l'échantillon est au préalable déformé, la tendance des températures s'inverse comparativement à un échantillon de référence : M_s augmente nettement lors des premiers cycles, puis se stabilise. Pour les petites déformations initiales, les dislocations introduites mécaniquement sont réarrangées par les cycles thermiques. Cette observation est valable jusqu'à un certain niveau de déformation, $\epsilon_p = 22.8\%$ où l'alliage se stabilise dès le premier cycle. Suite à un phénomène de saturation, le champ de contrainte est alors suffisamment important pour devenir insensible aux dislocations introduites par les cycles thermiques.

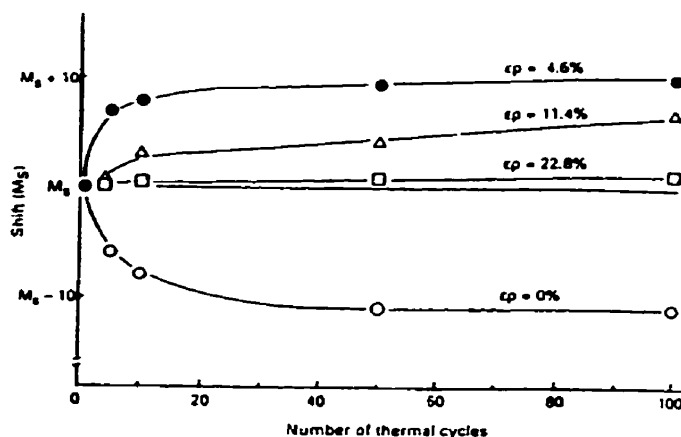


Figure 1-12 : Évolution de M_s en fonction du nombre de cycles et de la déformation initiale (Miyazaki [4]).

Le deuxième facteur relatif aux précipités intervenant dans la microstructure des alliages a été étudié par plusieurs chercheurs. Des précipités autres que le Ti_3Ni_4 peuvent apparaître dans l'alliage. Par exemple, les particules de Ti_2Ni ayant une taille plus importante que les particules de Ti_3Ni_4 vont jouer un rôle important sur la stabilisation d'un alliage. Des analyses quantitatives par diffraction des rayons X et DTA menées sur des échantillons Ti - 50% Ni contenant des précipités de Ti_2Ni et des échantillons Ti - 50.2% Ni ne contenant pas de précipités ont permis à Kwarciak et al. [7] d'apporter plusieurs contributions importantes pour la compréhension du phénomène. Les résultats de rayons X montrent que le nombre de particules de Ti_2Ni augmente avec les cyclages thermique, dans un alliage de composition équiatomique (Figure 1-13). Cette présence de précipités dans la matrice diminue le volume transformé ce qui a pour effet de diminuer le travail développé par la transformation martensitique. Ce phénomène est constaté suite à une diminution de la chaleur latente de transformation (Figure 1-14) [7, 12]. Comme le montre la comparaison des comportements des deux alliages face aux cycles thermiques, les précipités de Ti_2Ni , contrairement aux précipités de Ti_3Ni_4 , font croître l'instabilité de l'alliage vis à vis des températures de transformation (Figure 1-15).

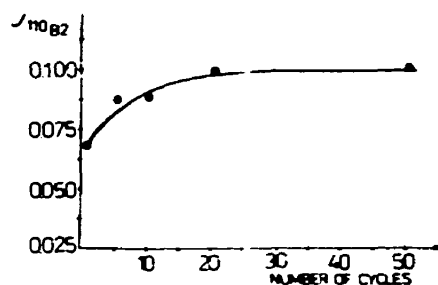


Figure 1-13 : Croissance des précipités de Ti_2Ni avec le cyclage thermique (Kwarciak et al. [7]).

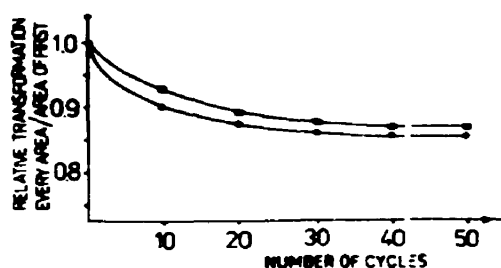


Figure 1-14 : Variation de la chaleur latente de transformation en fonction du nombre de cycles (essai par DSC) (Kwarciak et al. [7]).

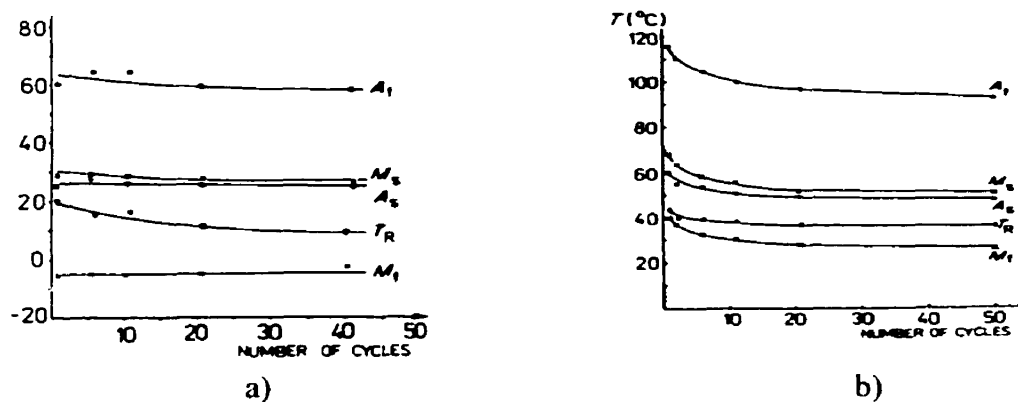


Figure 1-15 : Évolutions des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles : a) sans précipités de Ti_2Ni , b) avec précipités de Ti_2Ni (Kwarciak et al [7]).

Si l'ensemble des résultats fait l'unanimité en ce qui concerne l'évolution des températures M_S , M_F , A_S et A_F , il reste une incertitude par rapport à la température relative à la transformation prémartensitique T_R . En effet, on trouve dans la littérature plusieurs tendances : Miyazaki [4] ainsi que Jordan et al. [6] n'observent aucune variation de T_R lors d'un cyclage thermique (Figure 1-9). La transformation prémartensitique n'étant pas accompagnée par une distorsion du réseau cristallographique, T_R est insensible au champ de contrainte interne du matériau. Cette observation n'est cependant pas générale. Par un cyclage thermique sur un appareil de DSC (Calorimétrie Différentielle à Balayage) réalisé sur un Ti - 51.0% Ni, Tadaki et al. [11] obtient des températures T_R croissantes avec le nombre de cycles en opposition à M_S qui diminue (Figure 1-16), alors que pour un cyclage sur l'alliage Ti - 49.6% Ni, T_R diminue (Figure 1-17, Pelosin et al. [8]).

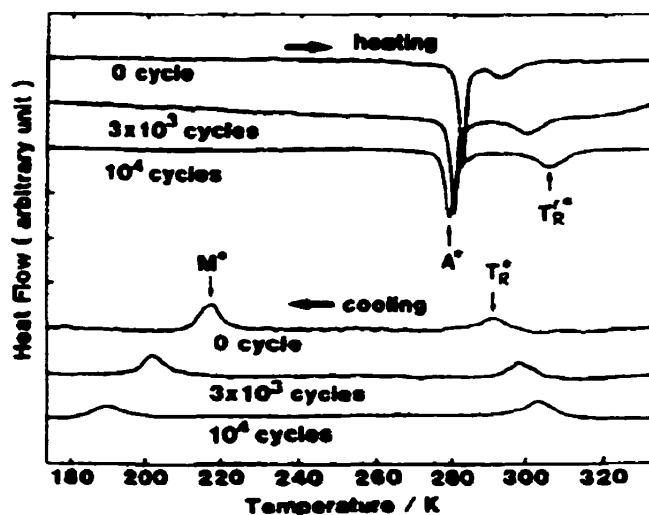


Figure 1-16 : Cycles thermiques de DSC réalisés sur l'alliage Ti-51.0% Ni (Tadaki et al [11]).

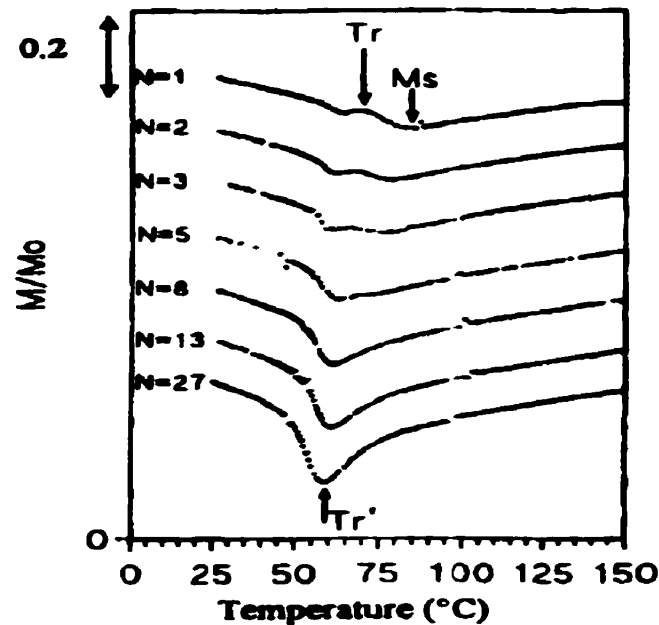


Figure 1-17 : Effet du cyclage thermique sur la température prémartensitique T_R (Pelosin et al. [8]).

1.3 Cycles thermomécaniques

Les changements microstructuraux pour les alliages à mémoire de forme lors des premiers cycles de chargement mécanique et thermomécanique font état de l'apparition d'une microstructure orientée. Cette orientation de la microstructure est due au fait que la transformation martensitique thermoélastique sous contrainte n'est pas parfaite au sens où la création de défauts, tels que les dislocations et les précipités ou autres défauts ponctuels, lui est toujours associée. Ces défauts et des microdéformations plastiques après quelques cycles sont créés par les variantes martensitiques lors de leur transformation inverse dans le domaine austénitique.

Du fait de la complexité du comportement des alliages à mémoire de forme, il existe dans la littérature un grand nombre d'essais permettant de caractériser ces matériaux.

Dans ce paragraphe, nous porterons notre attention, tout particulièrement, sur les essais les plus fréquemment réalisés sur les alliages à mémoire de forme : cycles à déformation contrôlée et température constante (super élasticité) et cycles thermiques à charge constante (mémoire double sens assistée).

1.3.1 Dégradation de l'effet mémoire simple sens

1.3.1.1 Introduction

Voici un cycle caractéristique de mémoire simple sens d'un alliage à mémoire de forme :

- 1- Le matériau est d'abord à contrainte nulle à une température $T > A_F$ (matériau à l'état austénitique).
- 2- Un refroidissement est imposé à contrainte nulle jusqu'à $T < M_F$ pour amener le matériau en phase martensitique.
- 3- Une contrainte est appliquée, puis retirée, créant une déformation de type martensitique pseudo-permanente, soit par induction de martensite sous contrainte sans déformation inverse (pour $M_F < T < A_S$), soit par réorientation des variantes de martensite auto-accomodantes formées lors de la baisse de la température à contrainte nulle dans l'étape 2 (pour $T < M_F$).
- 4- Un réchauffement est imposé jusqu'à une température $T > A_F$, qui par effet mémoire simple sens, donne la disparition de la déformation causée par l'étape 3.

L'étape 3 peut être modifiée par le maintien d'une contrainte constante lors de l'essai. D'après Patoor [2], ce type de sollicitation thermomécanique s'apparente à l'éducation de l'effet mémoire double sens (EMDS) pour les alliages à mémoire de forme. Les effets microstructuraux nécessaires à l'apparition de l'EMDS sont comparables à ceux qui sont

responsables de la fatigue dans ces alliages. Les contraintes internes conduisent à la formation d'une martensite orientée, favorisant la formation de variantes particulières au cours du refroidissement. La Figure 1-18 illustre le cycle complet thermomécanique réalisé sur un alliage Ni-Ti (Patoor [2]).

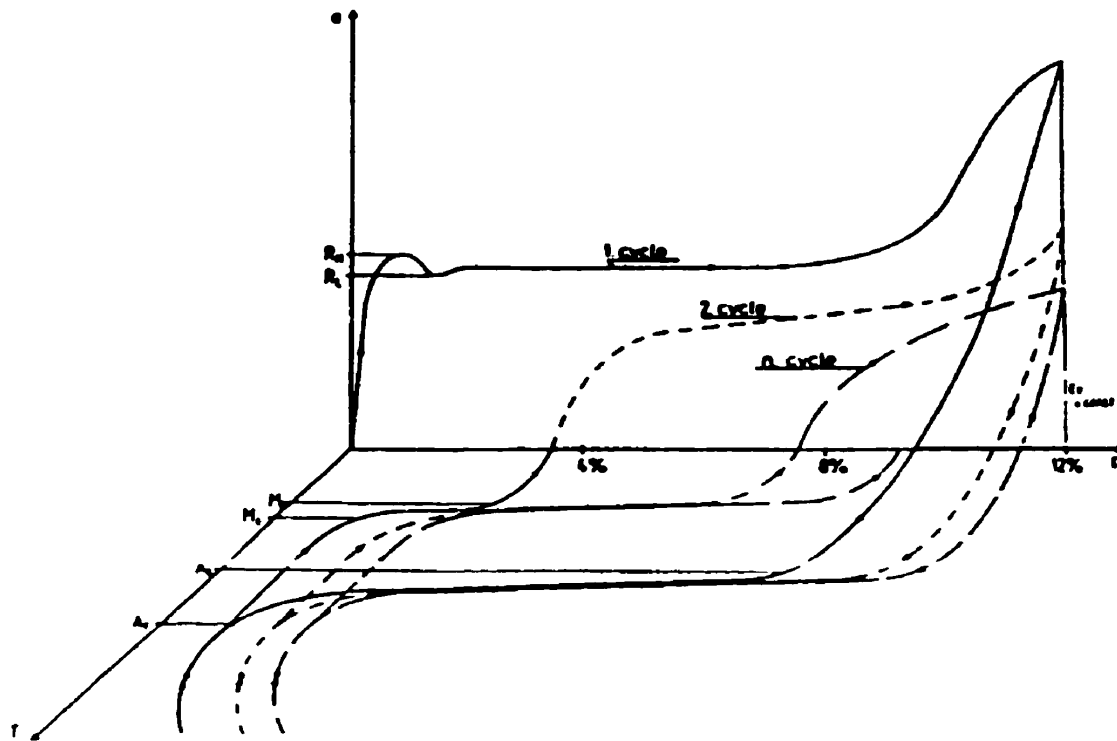


Figure 1-18 : Évolution des relations contrainte-déformation-température pendant le processus d'éducation thermomécanique d'un alliage Ni-Ti (Patoor [2]).

1.3.1.2 Modification du taux de déformation

Plusieurs données caractéristiques des AMF se trouvent modifiées par un cyclage thermique à charge constante telles que les températures de transformation de phase ainsi que les taux de déformation respectifs des phases martensitique et austénitique [16-23]. Bignon et Morin [20] présente sur Figure 1-19 les résultats d'essais thermomécaniques à charge constante réalisés sur un alliage Ni-Ti-Cu traité thermiquement à 700°C. Il observe trois stades apparents de l'évolution de la

déformation de la phase martensitique en fonction du nombre de cycles : le premier est une croissance rapide de la déformation (400 premiers cycles); le second est une croissance plus faible associée à une stabilisation due à la saturation en défauts microstructuraux du matériau; et enfin, le troisième effet est caractérisé par une décroissance brutale attribuée à la plastification de l'alliage.

Cette évolution du comportement en fatigue pour ce type d'essai se retrouve chez plusieurs auteurs [20, 22, 23]. En revanche, plusieurs paramètres tels que le niveau de contrainte appliqué ou le traitement thermique influencent le comportement des alliages. La Figure 1-20 illustre la déformation accumulée au cours des cycles thermomécaniques d'un alliage Ti-49.6% Ni soumis à des chargements variant entre 135 et 540 MPa (Zimmerman [17]). Les résultats obtenus montrent qu'après 20 cycles, le niveau de déformation permanente augmente linéairement avec le nombre de cycles. Pour des contraintes >270 MPa, la déformation permanente par cycle décroît pour devenir constante, alors que pour des contraintes plus faibles, par exemple 135 MPa, la déformation permanente n'est pas observée après les premiers cycles, mais devient apparente après un certain nombre de cycles. Le même comportement est observé par Belayev [24] sur un alliage Ni-Ti où la charge appliquée varie entre 60 et 300 MPa et la limite observée est de 80 MPa.

L'état microstructural du matériau semble être d'après plusieurs auteurs un paramètre important influençant le comportement en fatigue et notamment la stabilisation des alliages. Des fils Ti-40% Ni-10% Cu traités thermiquement à 400°C et à 550°C pendant 30 minutes présentent une évolution générale du comportement en fatigue décrit précédemment et ceci quelque soit le traitement thermique (Figure 1-19). En revanche, Waram et al. [18] observent une stabilisation plus rapide pour l'échantillon traité à 400°C qu'avec une température de traitement à 500°C (Figure 1-22). Il est clair que la relaxation des contraintes internes dues au travail à froid devient plus importante pour le deuxième traitement. Le cyclage thermomécanique donne au matériau une densité de

dislocations croissante jusqu'à un état de saturation en défauts microstructuraux (état stabilisé du matériau). Ceci explique la stabilisation plus rapide pour l'échantillon recuit à 400°C. Cette croissance de la densité de dislocations dans le matériau se matérialise par une diminution d'enthalpie de transformation. (Cette enthalpie reflétant l'énergie développée par la transformation martensitique). La Figure 1-21 illustre des mesures d'enthalpie de transformation d'un alliage Ti-45.2% Ni-6% Cu en fonction du nombre de cycles [20]. Cette évolution de l'enthalpie suit celle observée pour la mesure de la déformation décrite à la Figure 1-20.

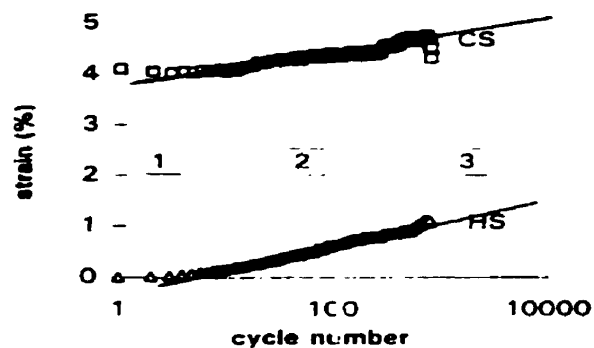


Figure 1-19 : Exemple d'évolution de la déformation en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ni-Ti Cu (Bigeon et Morin [20]).

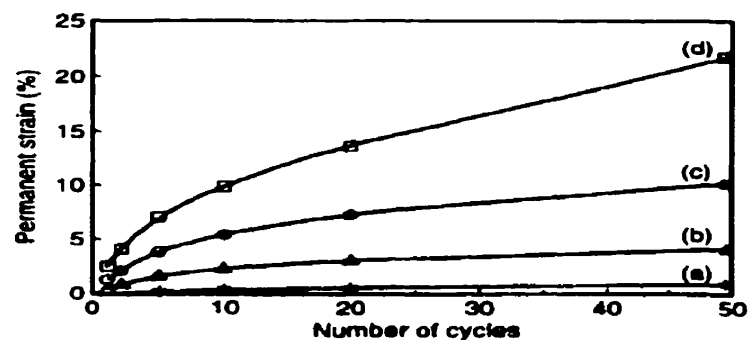


Figure 1-20 : Déformation permanente d'un alliage Ni-Ti en fonction du nombre de cycles et de la charge : a) 135 MPa, b) 270 MPa, c) 405 MPa et d) 540 MPa (Zimmerman [17]).

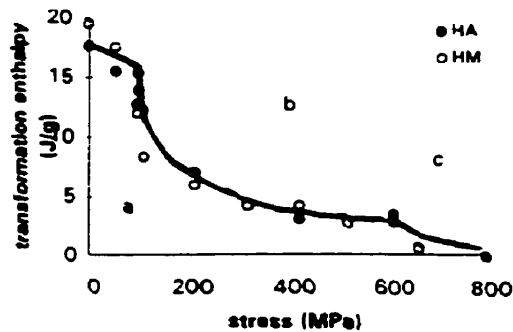


Figure 1-21 : Enthalpie de transformation mesurée juste après la rupture pour un alliage Ni-Ti (Bigeon et Morin [20]).

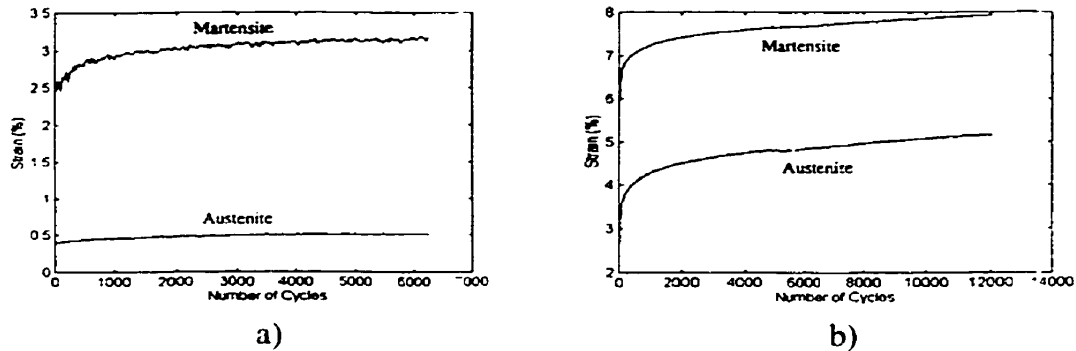


Figure 1-22 : Évolution des déformations en fonction du nombre de cycles: a) traitement thermique 400°C/30 minutes; b) traitement thermique 550°C/30 minutes (Waram et al. [18]).

Une étude des effets des traitements thermiques peut permettre de déterminer la température de recuit idéale pour optimiser le comportement en fatigue de l'alliage. Par exemple pour un alliage Ti-50% Ni, Hagemeister et al. [23] observent un meilleur comportement en fatigue lorsque le matériau est recuit à 525° C comparativement à un recuit à 550° C. De ces deux résultats, il est peut-être légitime de favoriser le traitement thermique à une température la plus basse possible pour observer un comportement favorable face à la fatigue, même si l'on appauvrit les propriétés remarquables des AMF.

1.3.1.3 Évolution des températures de transformation de phase

Les propriétés thermiques des alliages se modifient ainsi que les caractéristiques mécaniques lors du cyclage thermomécanique. Cependant, du fait de la variabilité des résultats disponibles dans la littérature, on ne peut établir une description générale de l'évolution des températures de transformation des alliages à base Ni-Ti.

Les températures de transformation varient linéairement avec la contrainte appliquée. Cette relation contrainte-température se décrit d'après Stachowiak et McCormick [22] par l'équation de Clausius-Clapeyron

$$\frac{d\sigma}{dT} = -\frac{\Delta H^*(\sigma)\rho}{T(\sigma)\epsilon}$$

où $\Delta H^*(\sigma)$ est l'enthalpie de transformation, $T(\sigma)$ la température d'équilibre de transformation, ϵ la déformation et ρ la densité en considérant que le ratio $\Delta H^*/T$ est indépendant de la contrainte appliquée. Pourtant des essais expérimentaux à différentes charges effectués sur un alliage Ti - 45.2 % Ni - 6% Cu montrent une non linéarité des températures M_S et M_F en fonction de la contrainte appliquée pour des chargements < 200 MPa [20].

Plusieurs auteurs ont observé une augmentation des températures de transformation de phase M_S , M_F , A_S et A_F lorsque l'on soumet un alliage Ni-Ti à des sollicitations thermiques à charge constante [18, 19]. Par exemple, la Figure 1-23 illustre l'évolution des températures de transformation en fonction du nombre de cycles d'un alliage Ti-55% Ni. Les résultats montrent que les températures de transformation suivent sensiblement l'évolution de la déformation permanente en fonction du nombre de cycles (Figure 1-19). Lors des premiers cycles, on observe une augmentation rapide des températures suivie d'une stabilisation après 1000 cycles.

Waram et al. observent une évolution contraire des températures avec un alliage Ti - 40% Ni - 10% Cu [18]. Le Tableau 2 et la Figure 1-24 regroupent les résultats obtenus par cyclage des échantillons de cet alliage ayant subi des recuits à différentes températures. Ainsi on observe pour l'échantillon recuit à 400°C, une hystérésis thermique se décalant vers des températures plus hautes avec une évolution plus marquée pour M_S et M_F , alors que pour le matériau recuit à 550°C, les cycles font décroître l'hystérésis thermique. Tamura et al. [16] expliquent ce phénomène par la présence d'un champ de contraintes internes provenant des précipités de phases riches en nickel ou encore un réarrangement insuffisant des dislocations introduites par la mise en forme à froid du matériau.

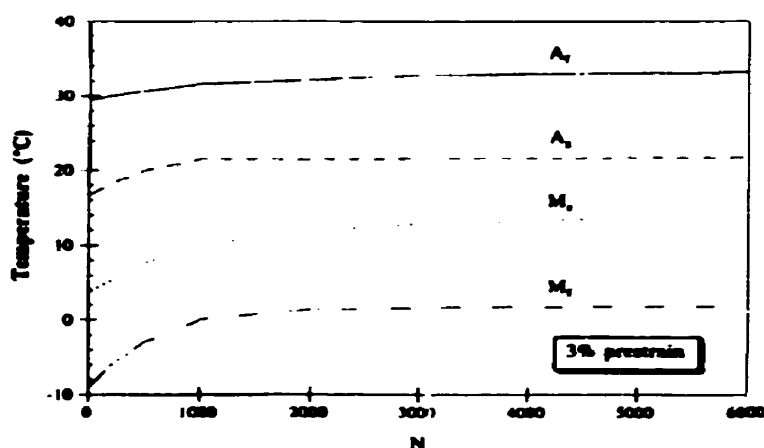


Figure 1-23 : Évolutions des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles pour un alliage Ti-55% Ni (Derek et al. [19]).

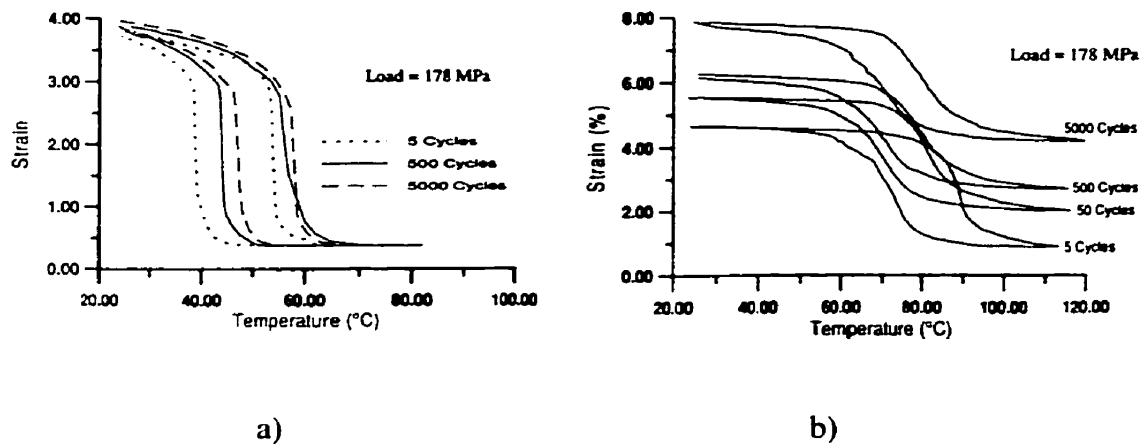


Figure 1-24 : Hystérésis thermique en fonction du nombre de cycle : a) alliage recuit à 400°C pendant 30 minutes, b) alliage recuit à 550°C pendant 30 minutes (Waram et al. [18]).

Tableau 2 : Températures de transformation en fonction du nombre de cycles : a) traitement à 400°C, b) traitement à 550°C (Waram et al [18]).

Transformation Temperatures During Cycling For 400°C Heat Treatment					
Number Of Cycles	Mf (°C)	Ms (°C)	As (°C)	Af (°C)	Hysteresis Width (°C)
5	38	40	53	55	15.5
500	44	45	55	59	12.5
5000	46	48	57	59	10.5

a)

Transformation Temperatures During Cycling For 550°C Heat Treatment					
Number Of Cycles	Mf (°C)	Ms (°C)	As (°C)	Af (°C)	Hysteresis Width (°C)
5	65	80	86	92	17
50	62	78	75	88	12
500	59	79	72	88	11
5000	60	79	72	89	12

b)

La transformation pré-martensitique est sensible aux cycles thermiques à charge constante. Stachowiak et McCormick [[22] étudient la déformation et la transformation associées aux transformations R et martensitique dans l'alliage Ti-50.2% Ni, en réalisant des essais thermiques sous charge appliquée constante. Les mesures de déformation présentent des stades de plasticité distincts associés aux transformations R et martensitique. La séquence de transformation dépend de la contrainte appliquée : pour $\sigma < 355$ MPa, la transformation se décompose par $B_2 \rightarrow R \rightarrow M$ au refroidissement, et pour $\sigma > 355$ MPa, elle correspond à $B_2 \rightarrow M$. Les mesures des températures de transformation par résistivité et essai DSC montrent que le cyclage thermomécanique provoque des modifications irréversibles des déformations.

D'autres résultats de fatigue décrivent le comportement des alliages à base Ni-Ti. Zadno et al. [21] à la Figure 1-25 étudie la stabilité des propriétés martensitique de ressorts de raideurs 0.21, 0.39 et 0.58 N/mm fabriqués à partir d'un alliage Ni-50% Ti-10% Cu laminé à 35 % et recuits à 470°C. Les essais de fatigue à charge constante des ressorts ont montré une stabilité équivalente pour tous les échantillons lorsque la déformation est limitée à 1.5%.

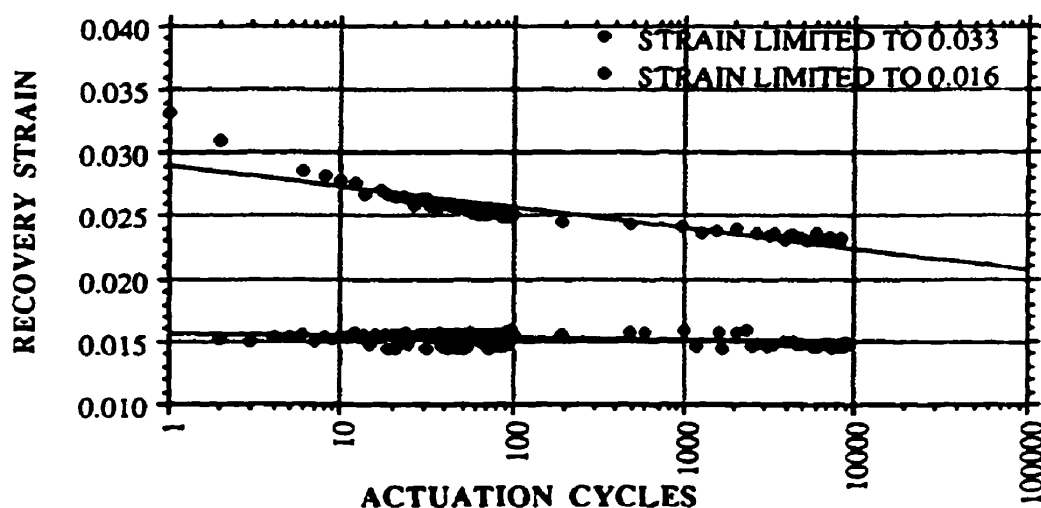


Figure 1-25 : Fatigue d'un ressort Ni-Ti-Cu en fonction du nombre de cycles et de sa déformation contrôlée (Zadno et al. [21]).

1.3.2 Cycles superélastiques ou effet mémoire double sens assisté

Ces deux cycles ont une origine commune, et ce même si les effets de fatigue sont différents. Dans le cas superélastique, les transformations sont induites par une variation de contrainte. Dans le cas de l'effet mémoire double sens assisté, les transformations sont induites sous contrainte par une variation de température pour traverser la zone de transformation de phase. Un cycle superélastique caractéristique est schématisé à la Figure 1-26 [3] :

1. Le matériau est à contrainte nulle à une température $T > A_F$ avec 100% d'austénite.
2. Une contrainte est graduellement appliquée, créant une déformation de type martensitique par induction de martensite sous contrainte.
3. La contrainte est graduellement relâchée, générant ainsi avec un hystérésis la transformation inverse de retour vers la phase mère.

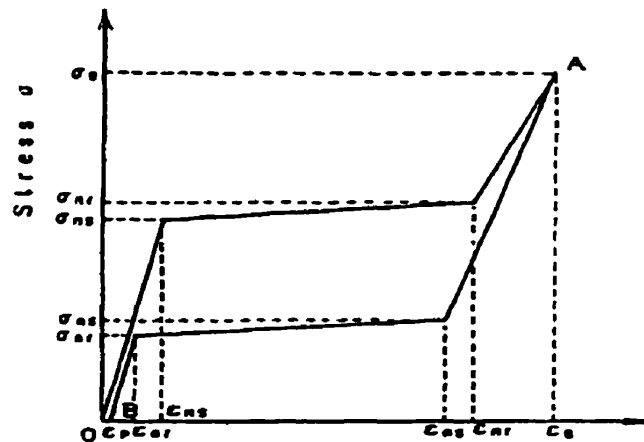


Figure 1-26 : Cycle superélastique caractéristique.

Les effets généraux de cycles superthermiques ou superélastiques sont les suivants :

- Les déformations résiduelles sont composées de martensite stabilisée et de déformation plastique [4, 15].
- Les structures de dislocations qui apparaissent avec le cyclage mécanique font varier localement et agrandissent l'étalement des températures de transformation avec pour effet d'augmenter la pente de la transformation induite sous contrainte [4, 15].
- La modification de l'hystérésis de transformation est habituellement accompagnée d'une diminution de la surface d'hystérésis [4, 15, 25] suite à l'augmentation de la pente de la transformation induite sous contrainte et aux modifications des contraintes critiques.

Des essais cycliques réalisés sur un alliage Ti-50.5% Ni montrent à la Figure 1-27 une croissance de la déformation résiduelle en fonction du nombre de cycles. En même temps, la contrainte critique d'induction de martensite et la largeur d'hystérésis diminuent (Figure 1-27 Miyazaki et al. [15], Figure 1-28 Strnadel et al. [14]).

Les cycles mécaniques font croître par écrouissage la densité de dislocations dans l'alliage notamment pendant les premiers cycles [13]. De même que pour les cycles thermiques, les mécanismes intervenant principalement sur la stabilisation des alliages Ni-Ti soumis à des cycles superélastiques [4, 15] sont la présence de particules intermétalliques dans la matrice et l'état de relaxation des contraintes internes dues aux dislocations apparaissant lors du travail à froid.

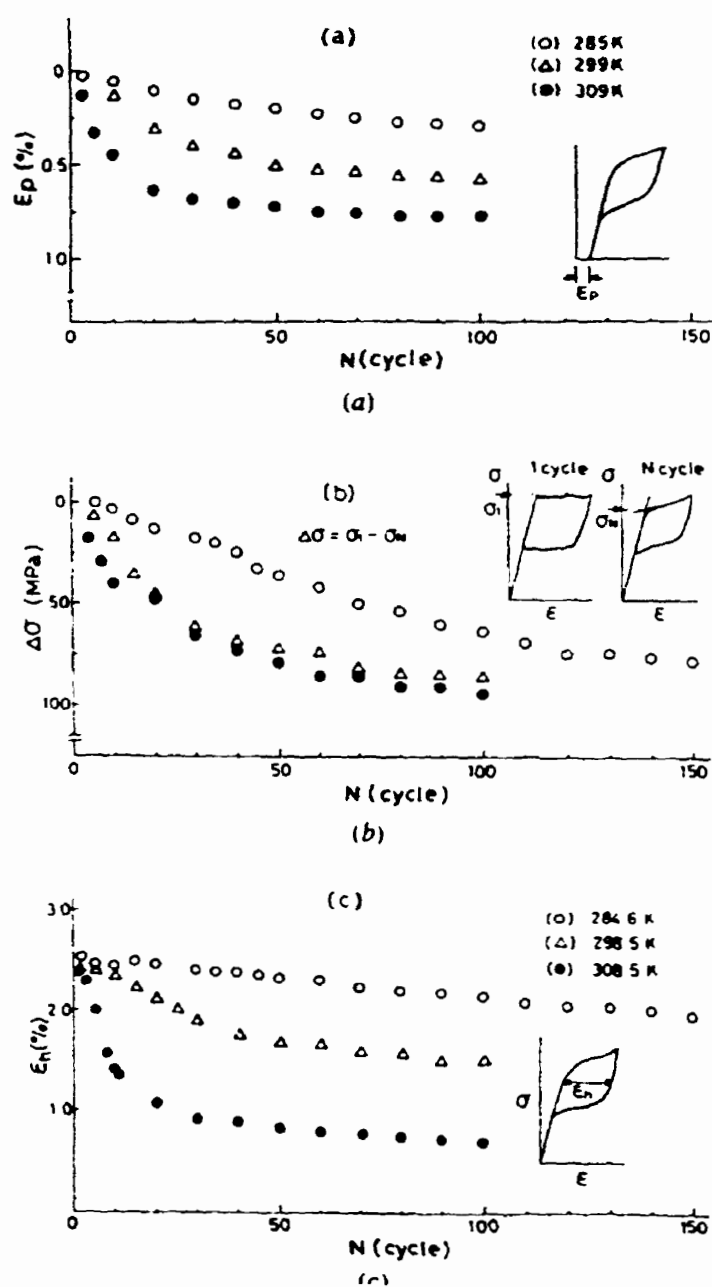


Figure 1-27 : Effet de la déformation cyclique a) déformation résiduelle, b) contrainte critique d'induction de la martensite, c) déformation d'hystérésis (Miyazaki et al.[15]).

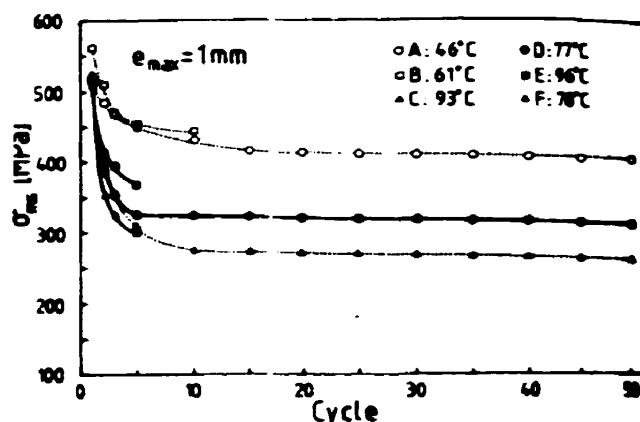


Figure 1-28 : Réponse de la contrainte critique d'induction de martensite en fonction du nombre de cycles et de la température de l'essai (Strnadel et al. [14]).

Miyazaki [4] montre expérimentalement que la combinaison des précipités et des dislocations permet de stabiliser les caractéristiques superélastiques des alliages Ni-Ti lorsqu'ils sont soumis à une contrainte cyclique [4, 15]. Un traitement thermique spécifique sur un alliage de composition donnée permet de lui conférer un état microstructural particulier (Tableau 1). La Figure 1-29 illustre les effets d'un traitement thermomécanique sur des alliages ayant des caractéristiques microstructurales définies; a) et b) représentent des échantillons contenant des précipités, c) un échantillon recuit ayant une densité élevée de dislocations et d) un alliage combinant précipités et dislocations. Le plateau des courbes contrainte-déformation pour les deux premiers échantillons reste constant jusqu'au 100 premiers cycles, puis augmente sa pente avec le nombre de cycles. Comme le montre la Figure 1-29 (d), l'échantillon présentant une combinaison de précipités et de dislocations montre une faible variation de la contrainte critique d'induction et de la largeur d'hystérésis comparativement aux autres échantillons. La présence de précipités de Ti_3Ni_4 et de dislocations crée plusieurs sites distincts pour la germination de transformation de phase dans le matériau. Par conséquent, la transformation réversible débute à un niveau de contrainte plus élevé et la déformation résiduelle devient plus faible (Strnadel et al. [14]).

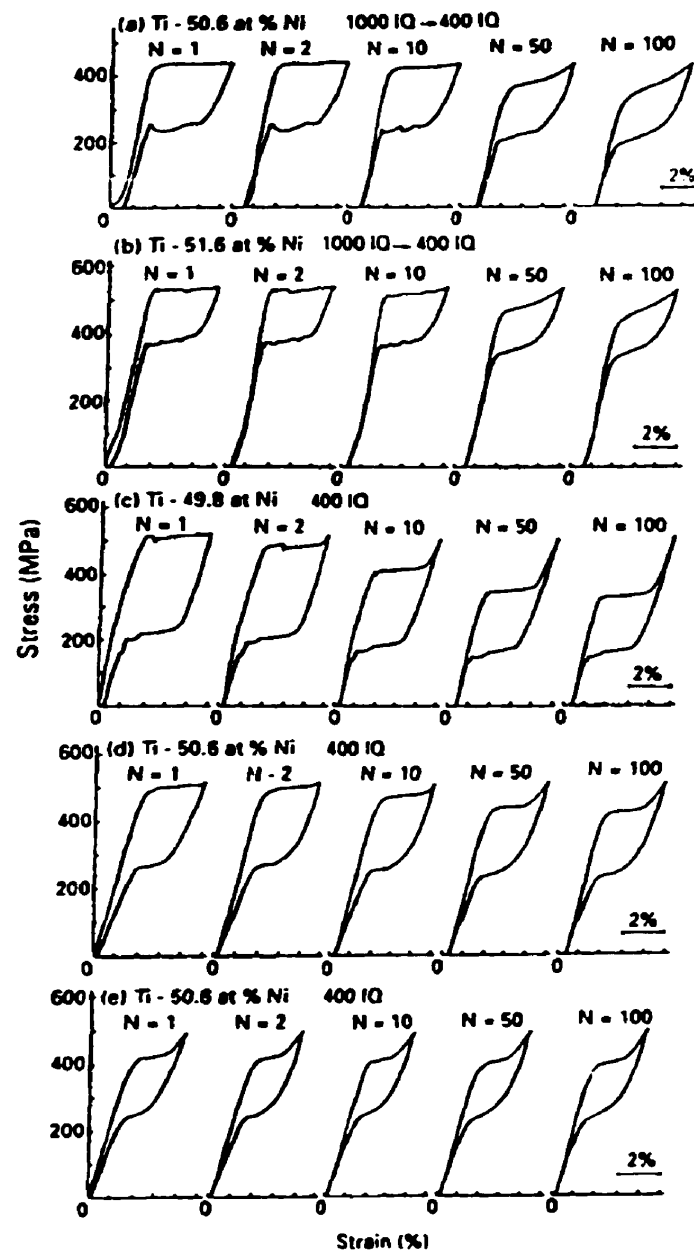


Figure 1-29 : Effet du cyclage superélastique sur les courbes contrainte-déformation des alliages à base de Ni-Ti ayant des microstructures spécifiques (Miyazaki [4]).

1.4 Synthèse de la bibliographie

L'état bibliographique traitant de la fatigue et la de stabilité des alliages à base Ni-Ti ne permet pas actuellement de prédire avec exactitude le comportement macroscopique de ces matériaux, ni de décrire les mécanismes microstructuraux rentrant en jeu lors de la transformation de phase et des cycles thermomécaniques. En effet, nous trouvons un grand nombre de résultats sur les divers aspects de la fatigue des alliages à mémoire de forme qui sont parfois contradictoires, notamment sur les études des cycles thermomécaniques où peu d'études traitant de l'évolution microstructurale des matériaux ont été menées. Les mécanismes microstructuraux mis en jeu lors des sollicitations cycliques laissent encore actuellement un large champ d'investigation.

La plupart des auteurs expliquent l'évolution des propriétés des matériaux face à des cycles thermomécaniques par des modifications microstructurales : contraintes internes et présence de particules intermétalliques dans le matériau, en soulignant que pour la majorité des essais thermomécaniques, la combinaison de ces deux composantes microstructurales stabilisent les caractéristiques d'alliages. Afin de mieux comprendre ces mécanismes, nous tenterons dans notre étude d'apporter certains éléments de réponse sur le comportement en fatigue d'un alliage Ni-Ti par une description macroscopique appuyée par une analyse microscopique par diffraction des rayons X, et une description microscopique des évolutions des propriétés du matériau lorsque celui-ci est soumis à des cycles thermiques à charge constante.

Chapitre 2 Caractérisation du matériau

2.1 Principes et buts des traitements thermiques

Du point de vue de la microstructure, on observe un allongement des grains ainsi que la formation de défauts cristallins au sein de l'alliage; défauts suffisamment importants pour bloquer tous les mécanismes microstructuraux qui sont à la base de la transformation martensitique des AMF. Les alliages à mémoire de forme, fournis par les fabricants, sont des matériaux qui ont subi diverses opérations métallurgiques rendant ainsi leurs propriétés particulières inutilisables : effet mémoire, superélasticité, etc... Ces opérations concernent, le plus souvent, leur mise en forme, qui permettent de trouver l'alliage sous forme de fils, de rubans, ou de tiges. Chaque géométrie est obtenue par des mécanismes de mise en forme spécifiques en plastifiant le matériau après la coulée par de grandes déformations. Les opérations les plus courantes sont le laminage et le tréfilage. L'écrouissage qui en résulte conduit à la diminution de la limite d'élasticité et à l'augmentation de l'allongement à la rupture.

Pour conférer ses propriétés à un alliage à mémoire de forme, il est nécessaire d'effacer les effets de la plastification en le relaxant de ses contraintes internes. Pour cela, seul un traitement thermique adéquat (appelé recuit ou revenu) permet de le restaurer en agissant sur la microstructure par une recristallisation partielle de l'alliage. L'opération de traitement thermique devient alors une étape nécessaire pour lui permettre de réagir aux changements de température ou de contrainte.

Les mécanismes de modifications microstructurales des traitements thermiques sur les AMF sont semblables à ceux des métaux ou alliages plus classiques. Ce chapitre n'abordera pas en profondeur ces mécanismes cristallographiques très complexes, mais présentera une description générale des traitements thermiques, qui nous permettra de comprendre leur importance pour l'utilisation des AMF dans des systèmes mécaniques. Nous définirons ici une méthode expérimentale d'optimisation des traitements thermiques basée sur l'amélioration du comportement en fatigue de l'alliage Ni-Ti qui déterminera la température idéale de recuit. Pour cela, deux outils de caractérisation du matériau seront combinés : une mesure énergétique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) caractérisant la transformation martensitique de l'alliage combinée avec une mesure de dureté qui caractérise son comportement mécanique.

2.1.1 Nécessité des traitements thermiques sur un AMF

La notion de traitement thermique intègre un ensemble d'opérations définies qui ont pour but de modifier la structure cristallographique d'un matériau métallique ou d'un alliage. Un choix judicieux de cycles de températures leur confèrent des propriétés particulières. En effet, les mécanismes microstructuraux internes activés par traitement thermique permettent une modification de toutes les propriétés des matériaux car celles-ci sont étroitement liées à la microstructure, que ce soit les propriétés mécaniques, thermiques ou chimiques. En règle générale, il s'agit pour le métallurgiste de contrôler les évolutions structurales par un traitement thermique adéquat qui va donner au matériau les propriétés mécaniques et thermomécaniques voulues.

2.1.2 Principe et but des traitements thermiques

Généralement, les traitements thermiques servent à améliorer une propriété d'un matériau pour un emploi spécifique, et ce quelque soit le type d'alliage. Nous verrons que l'amélioration de l'une d'elles va souvent de pair avec la dégradation d'une autre. On

observera notamment pour notre alliage Ni-Ti, une augmentation de la dureté ou de la résistance mécanique associée à une énergie de transformation martensitique plus faible. Ceci montre la nécessité de définir des critères de choix pour définir un traitement thermique.

Il est difficile actuellement de traiter dans son ensemble l'étude des mécanismes structuraux intervenant sur les propriétés mécaniques. Trop de paramètres et trop de mécanismes font que les phénomènes mis en jeu ne peuvent se décrire simplement. Il existe cependant quelques relations entre les analyses microstructurales des matériaux et leur comportement mécanique. Ces paramètres structuraux sont reliés à la résistance mécanique des alliages. Ils concernent le rôle de la taille de grains, ainsi que la dispersion des précipités ou des inclusions dans un alliage :

- La formule d'Ashby, $R_e = R_e' + \frac{\alpha\mu b}{D-2r} \ln\left(\frac{D-2r}{b}\right)$ pour les alliages qui présentent des précipités, où R_e est la limite d'élasticité d'un alliage dont la matrice a une limite d'élasticité R_e' renforcée par une dispersion de précipités de diamètre moyen $2r$ distants en moyenne de D . Les dislocations sont caractérisées par leur vecteur de Burger b où μ définit le module de cisaillement de la matrice et α est une constante.
- loi de Hall Petch, $R_e = R_{e_0} + k_e d^{-1/2}$ illustre le rôle de la taille de grain sur la limite d'élasticité R_e pour un alliage polycristalin (R_{e_0} étant la limite d'élasticité d'un monocristal, k_e constante associée au matériau et d diamètre moyen des grains).

Le souci des métallurgistes pour les matériaux usuels est de rechercher chez les alliages une résistance mécanique de plus en plus élevée tout en conservant une bonne tenacité. Dans ce but, on cherchera à élever la limite d'élasticité et la dureté pour rendre la

déformation plastique plus difficile, celle-ci se produisant par glissement des dislocations dans les grains de métal. Les traitements thermiques permettent alors de déterminer les éléments structuraux qui rendent ces glissements difficiles, par des inclusions, des précipités, des joints de grains ou encore par d'autres défauts cristallins telles que d'autres dislocations apportées par des déformations plastiques (écrouissage). La complexité des AMF est que nous rechercherons ces mêmes caractéristiques tout en cherchant à lui faire développer ses propriétés basées sur la transformation martensitique.

2.1.3 Effets des traitements thermiques sur les AMF

Les traitements thermiques sont utilisés pour deux effets sur les AMF. D'une part pour déclencher les mécanismes de restauration par un réarrangement des dislocations et des lacunes, et d'autre part pour réarranger la microstructure afin de définir la forme stable de la phase mère. Ce deuxième effet est défini comme étant l'opération de mise en forme par traitement thermique d'un AMF. L'activation des mécanismes de réarrangement dépendra de la température de recuit (Tableau 2-1). Il reste donc à déterminer lequel de ces mécanismes devra être activé pour améliorer le comportement de l'alliage.

On distingue deux classes de transformation à l'état solide lors des traitements thermiques : les transformations qui correspondent à de véritables changements de phase avec des modifications des structures cristallines et les transformations qui correspondent à des évolutions progressives des phases de l'alliage sans changement de structure cristalline. Le traitement thermique appliqué aux AMF concerne le deuxième type en opérant différentes modifications de leur structure cristalline

Tableau 2-1 : Description des mécanismes de restauration par recuit.

Température	Mécanismes activés
Basse	Migration de défauts ponctuels Combinaison de défauts ponctuels
Intermédiaire	Formation de sous-joints de grains Annihilation de dislocations Croissance des cellules
Élevée	Montée des dislocations Coalescence des cellules Polygonisation

Définir la température du traitement thermique ne suffit pas pour le caractériser complètement, mais elle demeure un facteur prépondérant. En effet, le temps de maintien à cette température se révèle être tout aussi important, sans ignorer les paramètres décrits ci dessous qui jouent un rôle moindre sur le comportement de l'AMF. Ces paramètres sont :

- L'air ambiant, ou milieu de traitement thermique contrôlé pour éviter ou favoriser des modifications de composition superficielle (oxydation).
- Les vitesses de chauffage jusqu'à la température de traitement et de refroidissement depuis cette température.
- La succession de cycles thermiques complexes faisant intervenir de multiples combinaisons température-temps.
- Les contraintes résiduelles, internes ou superficielles du matériau.
- L'écrouissage conduisant à une modification de la densité de défauts cristallins.
- Les contraintes ou déformations appliquées pendant le traitement.

Il serait intéressant de mener l'étude de l'influence de chacun de ces paramètres sur la microstructure de l'alliage, mais cela sortirait du contexte de notre travail. Nous allons toutefois mettre en évidence l'influence du facteur qui nous est apparu le plus important au cours d'essais préliminaires, facteur relatif à la température de traitement thermique. Nous caractériserons l'effet de ce facteur sur le comportement de l'alliage Ni-Ti par des mesures mécaniques et énergétiques, études qui font l'objet du prochain paragraphe.

2.2 Outil de caractérisation d'un AMF

Nous allons ici décrire les deux outils utilisés pour caractériser le matériau : le premier s'attache au caractère énergétique de la transformation martensitique de l'AMF par une mesure calorimétrique différentielle à balayage (DSC), le second caractérise le comportement mécanique du matériau par une mesure de microdureté. Nous verrons que la combinaison de ces deux analyses devient une nouvelle approche qui permet de définir expérimentalement la température de traitement optimale qu'il faut appliquer à un AMF pour en améliorer son comportement thermomécanique.

2.2.1 Caractérisation par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

Quand un matériau subit un changement de phase du premier ordre (fusion, transformation à l'état solide), il se produit un échange de chaleur avec le milieu extérieur. La transformation de phase induite thermiquement dans les alliages à mémoire de forme se décrit par un changement de phase du premier ordre qui par conséquent se caractérise par Calorimétrie Différentielle Balayage (DSC, technique qui permet d'évaluer les points caractéristiques du matériau, l'étalement de la transformation par ses températures de changement de phase ainsi que l'énergie associée au changement de phase).

2.2.1.1 Principe général de mesure

L'appareil DSC est constitué d'une enceinte thermique régulée en température dans laquelle sont placés l'échantillon à analyser ainsi qu'un échantillon témoin de référence. La Figure 2-1 représente le dessin de la machine d'essai DSC fabriquée par *TA Instrument*. Son fonctionnement est le suivant : la cellule mesure en permanence la différence de température $\Delta T = T_S (\text{éch}) - T_R (\text{réf})$, différence qui va dépendre de la variation enthalpique de l'échantillon, de la capacité calorifique de l'échantillon, ainsi que des différentes résistances thermiques.

De manière générale, la technique consiste à mesurer la chaleur échangée par le matériau avec son environnement lors d'un cycle thermique. En l'absence de phénomène endo ou exothermique, la valeur de ΔT reste stable et lors du passage dans une zone de température correspondant à un changement de phase, la variation de ΔT va traduire la variation d'enthalpie de l'échantillon. La conversion de ΔT ($^{\circ}\text{C}$) en flux de chaleur à l'échantillon (W) à la température T est effectuée de façon interne en tenant compte de paramètres tels que les différences d'inertie thermique (four, régulation), la résistance thermique de contact support échantillon, la sensibilité des échantillons, ainsi que les paramètres d'étalonnage de la cellule. Le diagramme ainsi obtenu représente le flux de chaleur échangé en fonction de la température.

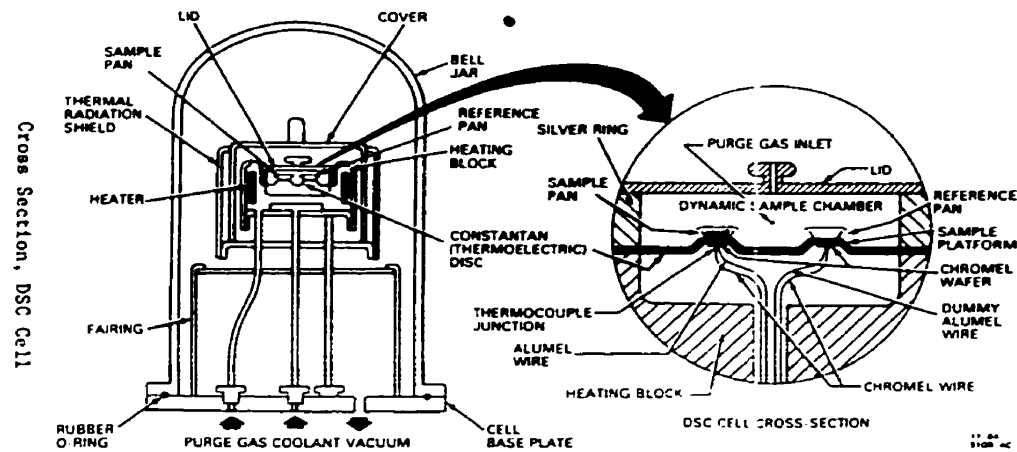


Figure 2-1 : Appareil de mesure DSC TA Instrument.

Les paramètres de mesure DSC sont les températures minimales et maximales du cycle thermique ainsi que la vitesse de balayage.

2.2.1.2 Application aux alliages à mémoire de forme

Un alliage à mémoire de forme traité thermiquement va présenter une transformation martensitique. Cette transformation se caractérise par calorimétrie différentielle à balayage par un balayage en température qui permet de déterminer les zones des transformations martensite-austénite au chauffage (transformation endothermique) et des transformations inverses austénite-martensite au refroidissement (transformation exothermique) (Figure 2-2). À partir de l'enregistrement général des données, on définit les températures de transformation de phase en identifiant le début et la fin des pics de transformation par rapport à l'état stable, méthode représentée à la Figure 2-2.

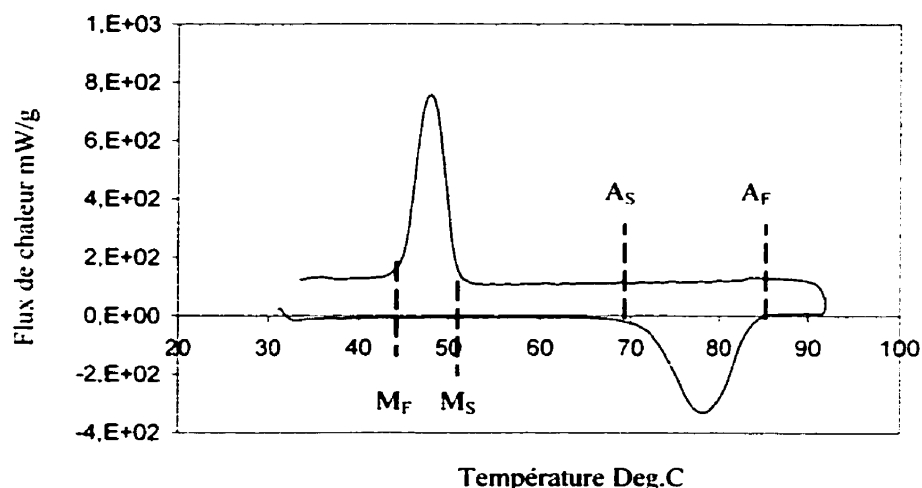


Figure 2-2 : Mesure des températures de transformation de phase par DSC.

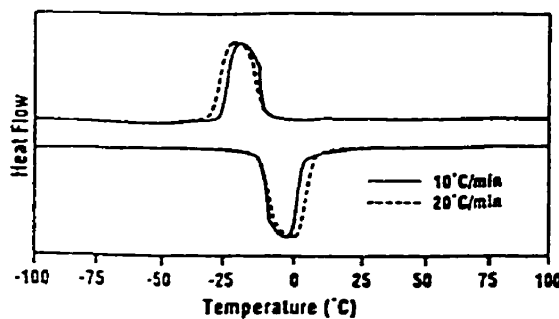
L'intégration par rapport au temps du flux de chaleur Q permet de déterminer l'échange de chaleur engendré pendant la réaction. Une courbe sera toujours intégrée par rapport à la ligne relative à l'état stable (ligne horizontale). L'intégration de l'aire du pic par rapport à cette ligne de base va conduire à l'enthalpie de transformation (en Joule/gramme), mesure qui permet de contrôler si la transformation se fait de façon complète.

En effet certains matériaux vont présenter des phases qui ne sont plus susceptibles de se transformer tels que des précipités ou de la martensite stabilisée (martensite ne se transformant plus sous l'effet de l'augmentation de chaleur). L'effet directe de ces phases conduit à une transformation incomplète du matériau et donc à une variation de l'enthalpie qui devient plus basse. La température du pic de transformation correspond à la température à laquelle la vitesse de transformation est maximale.

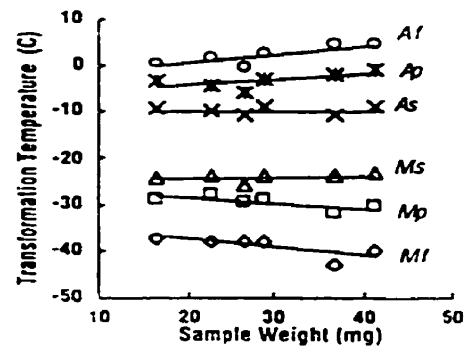
2.2.1.3 Variabilité des mesures DSC

Les résultats de caractérisation par DSC présentent une certaine variabilité dans la mesure des caractéristiques des AMF. Marquez et al. [28] montrent l'importance de la

vitesse de balayage qui, en augmentant, élargit l'hystérésis de transformation par une diminution de M_F et une augmentation de A_F , tout en laissant inchangées les températures de début de transformation (Figure 2-3 a). La Figure 2-3 b révèle la sensibilité de la mesure par rapport à la masse de l'échantillon. Les résultats montrent que l'augmentation de la masse de l'échantillon fait croître les températures A_F et A_S et fait diminuer M_S et M_F , évolution plus marquée cependant pour les températures de fin de transformation (effet attribué à l'inertie thermique du matériau). D'autres paramètres plus négligeables semblent influencer sur la qualité des mesures. L'oxydation de surface réduit la conductivité thermique du matériau et affecte les mesures des températures de transformation. La conductivité est aussi affectée par la géométrie de l'échantillon.



a)



b)

Figure 2-3 : Influence des paramètres liés à l'échantillon sur la mesure DSC. a) influence de la vitesse de balayage. b) influence de la masse de l'échantillon.

Ces résultats montrent les limites en résolution des mesures effectuées pas DSC. Les méthodes de mesure empiriques relatives aux températures de transformations ainsi que de chaleur latente ainsi que leurs variabilités dépendant de la masse de l'échantillon et de la vitesse de balayage font que les interprétations des essais par DSC ne peuvent être qu'approximatives. Cette technique de caractérisation ne pouvant donner qu'un ordre de

grandeur des valeurs mesurées, elle trouve donc toute sa justification dans des études comparatives, c'est dans cette optique que nous allons l'utiliser pour nos études.

2.2.1.4 Préparation des échantillons

Pour optimiser les capacités de l'appareil, les masses des échantillons doivent être comprise entre 13 et 130 mg. Connaissant l'importance de la masse des échantillons sur les mesures DSC, la préparation des échantillons devra nécessairement en tenir compte. Pour cela, plusieurs méthodes de préparation ont été testées. La première méthode consiste à découper le ruban AMF à l'aide d'un outil de coupe. Cette méthode a le désavantage d'occasionner des déformations plastiques locales importantes dans les zones de découpe de l'échantillon, déformations qui créent des contraintes résiduelles qui agissent sur la transformation martensitique et perturberait de ce fait les résultats.

Pour limiter les effets de coupe, le ruban AMF est finalement poinçonné. Cette technique permet d'obtenir d'une part la même masse pour tous les échantillons (13 mg) et ainsi d'annuler son effet sur les résultats. D'autre part elle permet de diminuer les contraintes internes et homogénéise l'échantillonnage en imposant des conditions de préparations d'échantillons identiques.

2.2.2 Mesure de microdureté Vickers

De manière générale, la donnée caractérisée par la mesure de dureté d'un matériau est reliée directement à ces propriétés mécaniques. Ses caractéristiques contrainte-déformation, décrites par des relations empiriques, permettent de définir la résistance à la traction R_m ainsi que la limite d'élasticité R_e par rapport à une valeur de dureté *Vickers*.

$$HV = aR_m \text{ et } HV = cR_e$$

où les coefficients a et c dépendent du matériau.

2.2.2.1 Principe de mesure

La mesure de dureté consiste à déterminer l'enfoncement rémanent d'un pénétrateur appuyé sous une faible charge sur la surface d'étude. Il existe plusieurs types de mesure de dureté qui se distinguent en fonction de la forme du pénétrateur. Par exemple la mesure *Rockwell* utilise soit un cône de diamant, soit une bille. Le pénétrateur pour la mesure *Vickers* est une pyramide.

Les essais de dureté se différencient des essais de microdureté par le fait que les premiers mettent en jeu un nombre quelque fois très important de grains de métal, alors que les seconds sont destinés, en principe, à définir les propriétés à l'intérieur des grains. La mesure de microdureté devient aussi très appropriée pour les échantillons de faibles dimensions.

La pyramide utilisée pour la dureté *Vickers HV* se caractérise par son angle de 136° entre deux de ces faces opposées. L'avantage de ce pénétrateur est que lorsque l'on fait varier la charge, on obtient des empreintes géométriquement semblables entre elles et ainsi des valeurs de dureté identiques. De plus, le diamant nous assure qu'il n'y aura aucune déformation du pénétrateur durant l'essai.

L'empreinte laissée par le diamant sur la surface est une empreinte carrée que l'on quantifie en mesurant sa diagonale grâce à un microscope micrométrique lié à la machine (erreur de mesure : 0.002 mm), qui vient se positionner automatiquement au-dessus de l'empreinte.

La valeur de la microdureté *Vickers* est alors calculée par le quotient de la charge avec l'aire de l'empreinte grâce à la formule suivante :

$$HV = \frac{2 \times 0.102 F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2}$$

F étant la charge appliquée sur le pénétrateur exprimé en gramme et d la largeur de la diagonale exprimée en μm .

2.2.2.2 Précaution et mode opératoire pour une mesure de microdureté

Certaines restrictions géométriques doivent être respectées pour ne pas fausser la mesure. La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtés d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2.5 fois la diagonale. De plus l'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1.5 fois la diagonale de l'empreinte, soit dans le cas de nos échantillon, une épaisseur de 175 μm . La charge appliquée doit être choisie afin que l'empreinte ne dépasse pas 100 μm pour rester dans le domaine de validité de mesure.

2.2.2.3 Préparation de l'échantillon

Les empreintes de microdureté étant de l'ordre de quelques microns, les irrégularités de surface prennent une grande importance. Un polissage de l'échantillon doit être aussi parfait que possible. Pour cela, la surface de l'échantillon doit se préparer en plusieurs étapes successives de polissage mécanique utilisant les papiers 400 mesh (grains de 38 μm), 600 mesh (grains de 15 μm) puis les tapis 6 μm , 3 μm et enfin 1 μm , chaque étape durant 5 min. L'épaisseur totale de matériau enlevé par le polissage estimée à 65 μm nous assure de respecter les conditions de mesure sachant que l'épaisseur initiale du ruban est de 240 μm .

2.3 Caractérisation de l'alliage Ni-Ti

Nous allons dans ce paragraphe définir une méthodologie expérimentale d'optimisation du traitement thermique à appliquer à l'alliage Ni-Ti pour en améliorer son comportement face à des sollicitations cycliques. Pour cela, en nous servant de deux outils de caractérisation présentée précédemment, nous allons étudier l'effet de la température du traitement thermique sur un alliage Ni-Ti.

2.3.1 Mode opératoire

L'AMF Ni-Ti étudié est fourni par la compagnie *Special Metals*. Il provient d'un ruban laminé à froid pratiquement équiatomique de composition 49.9% Ni - 50.1% Ti et polycristallin (section du ruban : 0.5 cm * 250 μ m).

Pour cette analyse, plusieurs échantillons préparés en vue des essais DSC et de microdureté ont subi des traitements thermiques à différentes températures de seuil variant entre 400°C à 750°C. Chaque traitement thermique dure une heure, suivi d'une trempe dans l'eau à température ambiante. Leurs effets sont caractérisés ici par la mesure des températures ainsi que celles des chaleurs latentes de transformation de phases mesurées à partir de diagrammes DSC et par la microdureté Vickers, données déterminées pour chaque traitement thermique.

2.3.2 Résultats

La Figure 2-4 représente l'ensemble des diagrammes DSC obtenus pour chaque traitement thermique. Ils illustrent très clairement les effets de la température de traitement thermique sur le comportement de l'alliage Ni-Ti. Les rampes de chauffage et de refroidissement définies pour ces mesures sont de 5°C/min.

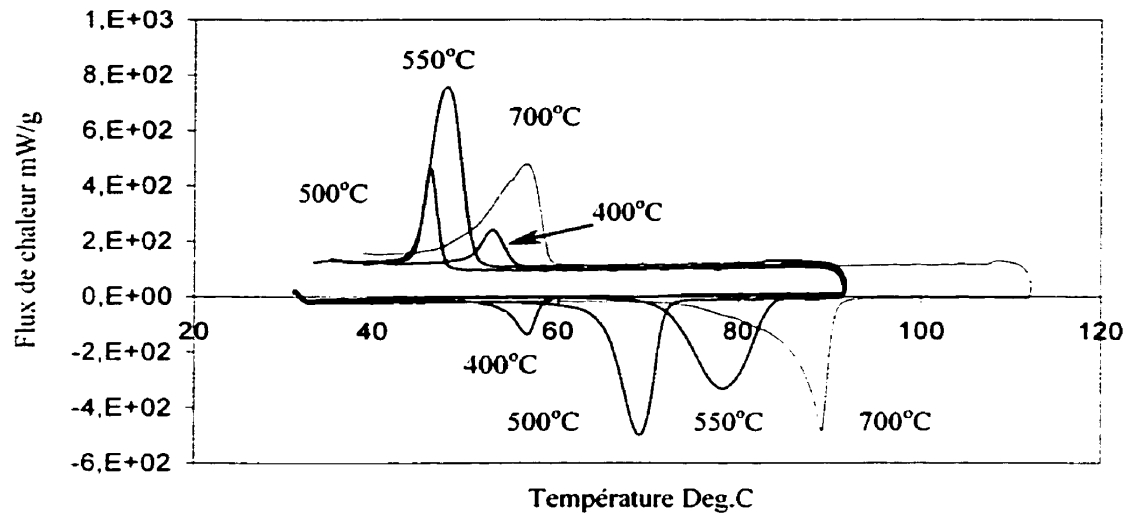


Figure 2-4 : Diagramme DSC : effet du traitement thermique sur l'alliage Ni-50.1% Ti (400, 500, 550, et 700 Deg.C 1 heure suivi d'une trempe).

2.3.2.1 Effet des températures sur l'alliage

La chaleur latente de transformation de phase, mesurée à partir d'un diagramme DSC (surface de pic de transformation), caractérise la réversibilité de la transformation thermoélastique martensitique. Par exemple, une chaleur latente de transformation faible signifie une transformation martensitique incomplète du matériau.

La Figure 2-5 illustre l'effet de la température du traitement thermique sur les mesures de chaleur latente de transformation, mesurée à partir des diagrammes DSC présentés à la Figure 2-4. Il apparaît une évolution marquée de la chaleur latente qui augmente rapidement entre les températures 400°C et 550°C, pour ensuite se stabiliser après la température de recuit de 600°C autour de sa valeur maximale de 30.56 J/g pour 5°C/min. Une première approche nous amène à attribuer cet effet à l'évolution des champs de dislocations introduits dans le matériau par les opérations de mise en forme qui diminuent lorsque la température de recuit augmente, et ainsi facilitent la transformation martensitique.

Une autre conséquence de la diminution de la densité de dislocations est la diminution de ses caractéristiques mécaniques. La Figure 2-5 représente l'évolution de la dureté de la phase martensite du même alliage mesurée pour chaque température de traitement thermique où l'on observe une évolution inverse par rapport à celle de la chaleur latente (la mesure de dureté devient impossible sur la phase austénite car l'empreinte laissée par le pénétrateur est effacée par l'effet superélastique de l'AMF). La diminution de la dureté, associée à la diminution de la densité de dislocations, devient progressive avec la température de traitement.

La différence entre les allures des deux courbes, l'une se rapprochant d'un comportement linéaire (courbe de dureté) et l'autre présentant un plateau précédé d'une augmentation rapide (courbe de chaleur latente) ne nous permet pas d'expliquer l'évolution de la chaleur latente uniquement liée à la présence de dislocations dans le matériau. En effet, le changement observé à la température 550°C sur la courbe relative à la chaleur latente révèle une modification de comportement brutale de l'alliage, phénomène qui ne peut s'observer par les mesures de dureté. Dans l'état actuel des travaux, il est difficile de décrire ces états microstructuraux qui nécessiteraient une analyse microscopique pour une caractérisation complète.

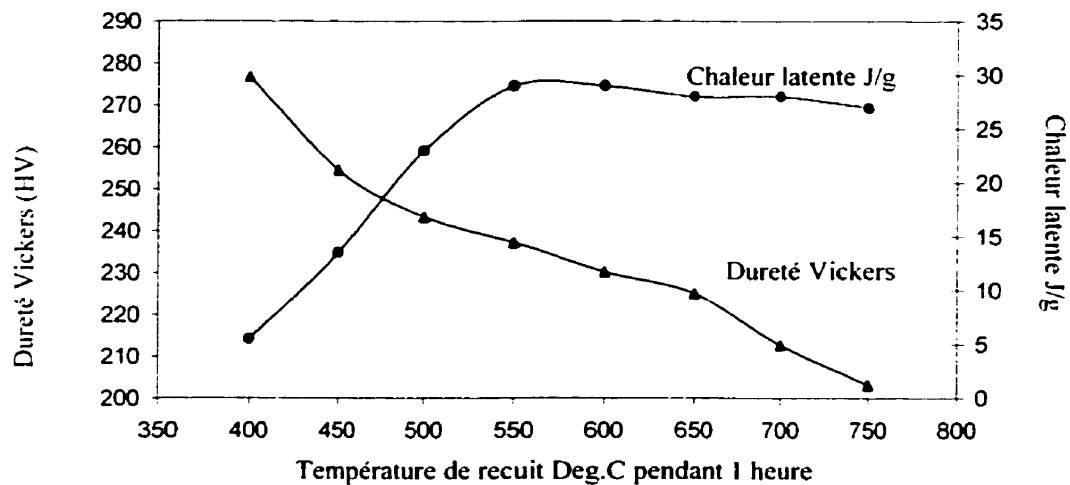


Figure 2-5 : Influence de la température de recuit sur la chaleur latente de transformation et la dureté de la phase martensitique.

2.3.2.2 Optimisation du traitement thermique

La combinaison de ces résultats illustre parfaitement le fait que l'amélioration de l'une de ces propriétés se fait au détriment de l'autre, en mettant en évidence la difficulté à définir une température de traitement thermique idéale. Celle-ci confère à l'alliage une bonne résistance mécanique décrite par une forte dureté tout en cherchant à faciliter la transformation martensitique par une chaleur latente de transformation maximale.

Dans ces conditions, pour optimiser le traitement thermique, il s'agit de définir un compromis entre ces deux propriétés. En se basant sur les résultats relatifs à la dureté et à la chaleur latente illustrés à la Figure 2-5, nous introduisons le facteur d'optimisation ρ défini par :

$$\rho = \frac{HV - HV_{\min}}{HV_{\max} - HV_{\min}} \times \frac{Q - Q_{\min}}{Q_{\max} - Q_{\min}}$$

avec HV_{\min} , HV_{\max} , Q_{\min} et Q_{\max} respectivement les valeurs minimales et maximales de la dureté et de la chaleur latente. Comme le montre la Figure 2-6, le facteur d'optimisation atteint son maximum pour une température de 550°C que nous considérerons comme température de référence pour le reste des essais.

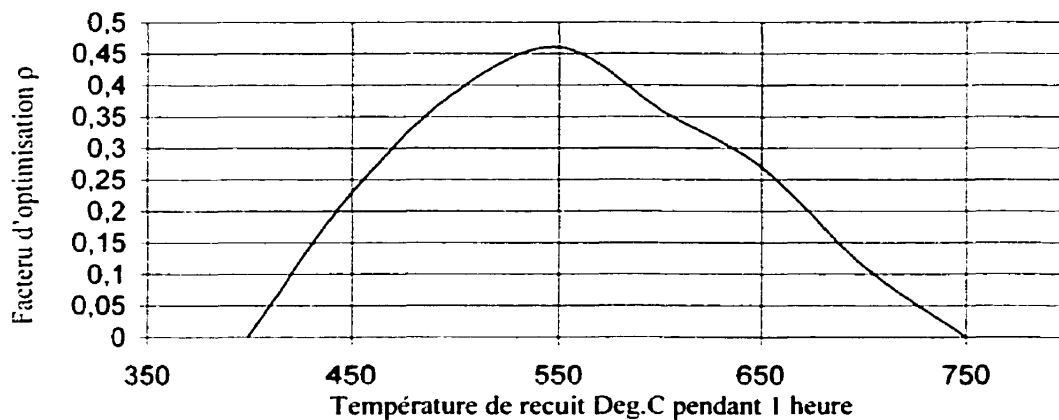


Figure 2-6 : Optimisation du traitement thermique.

La température relative au changement observé sur l'évolution de la chaleur latente est la température de référence identifiée par le facteur d'optimisation, température à laquelle se produit la recristallisation de l'alliage d'après Liu et al. [29].

2.3.2.3 Évolution des températures de transformations de phases

Les diagrammes DSC permettent également de mesurer les températures de changement de phase. Ces mesures se justifient par le fait que les modifications microstructurales engendrées par les traitements thermiques influent également sur les températures de transformations de phases A_s , A_f , M_s et M_f représentées en fonction de la température du traitement thermique à la Figure 2-7.

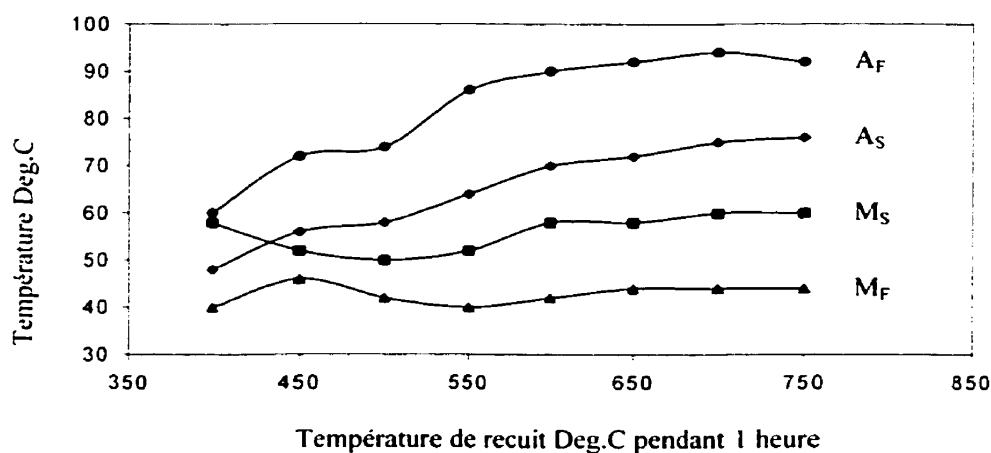


Figure 2-7 : Évolution des températures de transformations de phases de l'alliage Ni-50.1% Ti en fonction de la température du traitement thermique mesurées par DSC.

Deux tendances se dégagent pour chacune des phases. Tout comme pour la chaleur latente, la température de traitement thermique de 550°C apparaît comme une température critique pour la transformation austénite-martensite. On observe avant cette température une légère diminution de M_s et M_f suivie d'une augmentation pour enfin se stabiliser. Les températures minimales de M_s et M_f observées pour le recuit à 550°C.

reflètent la nécessité de refroidir davantage le matériau pour activer les mécanismes de la transformation martensitique, mécanismes affectés par la densité de dislocations encore trop forte pour ces températures de recuit. Après la température 600°C, identifiée comme étant la température de recristallisation [29], les températures M_s et M_f ne varient plus significativement.

En revanche, les températures de transformations inverses semblent être moins affectées par le champ de contraintes internes. Les températures A_s et A_f augmentent constamment avec la température de recuit.

L'interprétation des résultats de caractérisation présentés ici nous a permis de développer une méthode expérimentale qui a permis de déterminer une température de recuit que nous qualifierons, dans l'état actuel des travaux, comme optimale. Cette méthodologie d'optimisation a pour but de rechercher une microstructure par traitement thermique qui améliore le comportement de l'alliage Ni-Ti lorsque celui-ci est soumis à des sollicitations thermomécaniques cycliques.

Le chapitre 3 se consacrera à l'étude du comportement de l'alliage soumis à des cycles de fatigue thermique à charge constante, en évaluant le degré d'optimisation du traitement thermique.

Une analyse par microscopie à transmission compléterait la caractérisation de l'alliage présentée ici. Cette analyse permettrait de décrire de façon plus précise les mécanismes de restauration de l'alliage. Ce travail d'analyse sort de notre objectif principal mais reste cependant très intéressant.

Chapitre 3 Comportement en fatigue de l'alliage Ni-Ti

Le chapitre 1 fait état du comportement de l'alliage Ni-Ti soumis à différents types de sollicitations thermomécaniques cycliques, notamment les cycles thermiques à charge constante ou superélastiques. Dans les deux cas, l'ensemble des auteurs ont observé une évolution des propriétés remarquables des AMF concernant notamment les températures de transformation de phase ainsi que l'effet mémoire double sens assisté. Ces modifications thermomécaniques, observées à l'échelle macroscopique, sont dues à des modifications progressives de la microstructure du matériau.

Ce chapitre décrit le développement et la validation d'une méthode expérimentale permettant de décrire le comportement de l'alliage Ni-Ti soumis à des cycles thermiques à charge constante. Cette approche macromécanique du comportement de l'alliage, constitue la première étape de notre étude qui sera par la suite combinée à une analyse microstructurale par diffraction des rayons X *in situ*. Dans un premier temps, l'approche macromécanique va permettre d'analyser l'évolution des propriétés caractéristiques thermomécaniques de l'alliage soumis à ce type de sollicitation. Dans un second temps, un système mécanique engendrant le même type de sollicitation dans l'enceinte d'un diffractomètre de rayons X va venir compléter la compréhension des modifications microstructurales mises en jeu lors des cycles thermiques par une approche microstructurale.

3.1 Description du banc de fatigue thermique à charge constante

Il s'agit ici de réaliser la conception d'une machine de fatigue capable de soumettre à un alliage à mémoire de forme à un chargement constant tout en effectuant des cycles thermiques. L'alliage sera alors successivement transformé en phase martensitique, puis en phase austénitique.

3.1.1 Présentation du modèle

L'intérêt des cycles thermiques à charge constante est double ; d'une part, il permet une caractérisation des températures de transformation de phase pour un chargement donné, et d'autre part, il permet d'évaluer l'effet mémoire double sens assisté du matériau en identifiant les niveaux de déformation de chacune des phases.

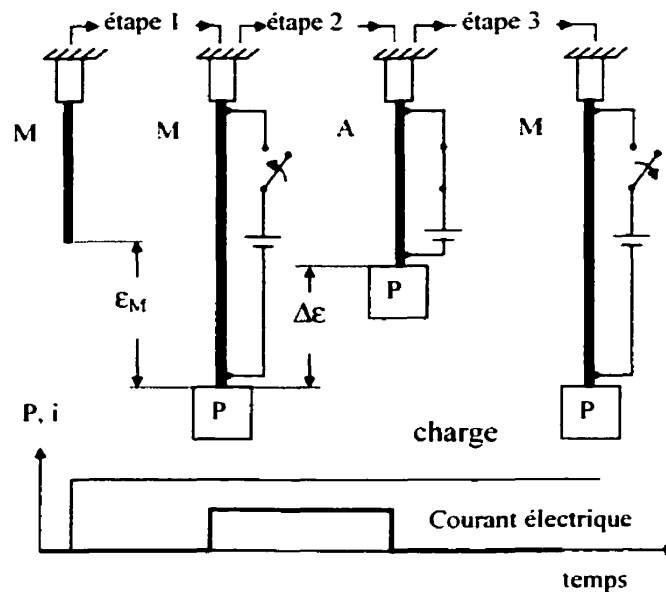


Figure 3-1 : Cycle thermique caractéristique à charge constante.

La Figure 3-1 décrit le cycle thermique caractéristique obtenu par sollicitation à charge constante sur un AMF. La procédure thermomécanique de ce cycle complet est la suivante :

- *Étape 1* : l'échantillon dans son état initial se trouve en phase martensitique à température ambiante
- *Étape 2* : l'alliage, chargé à une contrainte constante σ à température $T < M_F$, se déforme dans le sens de la direction de chargement par un mécanisme d'orientation des variantes de martensite pour atteindre la déformation maximale ϵ_M .
- *Étape 3* : par un réchauffement à une température $T > A_F$, le matériau change de phase pour se transformer en austénite et développe son effet mémoire en reprenant la déformation ϵ_M pour retourner à son état de déformation initial de l'étape 1.
- *Étape 4* : l'alliage est alors refroidi jusqu'à une température $T < M_F$ où il reprend la déformation martensitique ϵ_M de l'étape 2.

La courbe hystérétique de déformation en fonction de la température (Figure 3-2) se décompose en deux profils décalés l'un par rapport à l'autre en température, décalage définissant la largeur d'hystérésis H_T . À chaque profil est associé une transformation de phase. Le profil supérieur relatif à la transformation [martensite \Rightarrow austénite] représente le cycle de chauffage. Le profil inférieur caractérise la transformation inverse [austénite \Rightarrow martensite] au refroidissement. Les températures de transformation de phase A_F^σ , A_S^σ , M_F^σ et M_S^σ s'identifient en évaluant le début et la fin des variations de la déformation par rapport aux plateaux correspondant à ϵ_M et ϵ_A constants comme indiqué à la Figure 3-2.

Lorsque la contrainte change, les seuils de début et de fin de transformation évoluent, mais les caractéristiques E_T (étalement en température) et H_T (hystérésis en température) restent peu affectées. En revanche, la déformation maximale ϵ_M dépend fortement de la charge σ appliquée à l'échantillon.

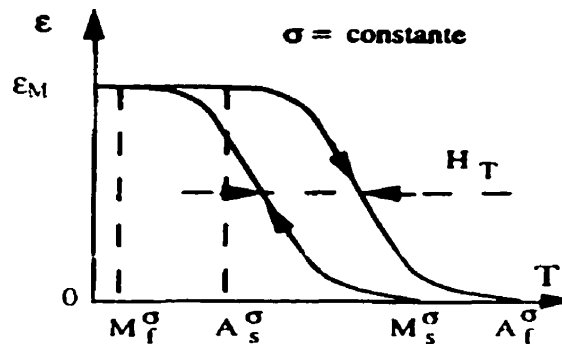


Figure 3-2 : Cycle thermique à charge constante d'un AMF [2].

3.1.2 Spécification du banc de fatigue et choix technologique

À partir du modèle caractéristique de cycle thermique à charge constante, l'étude de la fatigue d'un AMF revient à répéter le cycle thermique. Pour reproduire au mieux le comportement du matériau pour ce type de sollicitation, le banc de fatigue mécanique doit répondre à plusieurs spécifications technologiques qui sont les suivantes.

- Les échantillons testés sur banc de fatigue proviennent d'un ruban Ni-Ti de section de $0.04 * 0.5$ cm. La longueur de chaque échantillon est comprise entre 13 et 10 cm.
- Le banc de fatigue doit permettre de soumettre un chargement constant à l'échantillon lors des cycles thermiques.

- Le chauffage et le refroidissement doivent être cycliques et d'amplitude suffisante pour traverser les températures de transformation de phase de l'alliage étudié (soit $A_f=75^{\circ}\text{C}$, $M_f=45^{\circ}\text{C}$), tout en s'assurant que la température doit être homogène dans l'échantillon.
- Les paramètres de mesure sont la température ainsi que la déformation de l'échantillon.
- La commande des cycles thermiques ainsi que l'enregistrement des données doivent être automatisés.
- La durée d'un essai de fatigue de 10 000 cycles thermiques doit être minimisée en optimisant le chauffage et le refroidissement de l'échantillon.

Les choix technologiques pour réaliser le montage sont

- La déformation de l'alliage est mesurée par un capteur de déplacement (LVDT).
- Des thermocouples mesurent la température de l'AMF.
- Le logiciel *Labview* gère l'acquisition des données ainsi que l'asservissement des cycles thermiques tout au long des essais.

3.1.3 Design du banc de fatigue macroscopique

Une fois l'ensemble des spécifications définies, la machine de fatigue dédiée à l'étude du comportement en fatigue des AMF a été conçue puis réalisée au laboratoire (Figure 3-3). Cette machine se compose de trois ensembles cinématiques :

1. Un cadre rectangulaire, composé de deux axes verticaux réunis à leurs extrémités par une barre horizontale, est fixé sur une plaque inférieure. Quatre colonnes filetées sont vissées sur la plaque inférieure.

2. L'ensemble des éléments formés du ruban AMF, de ses attaches, de l'axe de guidage et du plateau de chargement sont suspendus sur la partie supérieure du cadre. Cette géométrie permet de conserver la coaxialité entre la direction de chargement et l'axe du ruban.
3. Le capteur de déplacement LVDT ainsi que le roulement à bille sont positionnés sur la plaque centrale maintenue sur les quatre colonnes. L'axe de guidage, roulant dans le roulement douille à bille, assure un guidage linéaire du mouvement vertical généré par la déformation du ruban AMF.

Le mouvement, occasionné par la déformation du ruban, a du être contrôlé par l'axe de guidage et le roulement à bille. Ce système s'est avéré nécessaire pour limiter tout mouvement radial parasite, tout en minimisant les frottements mécaniques. Le corps du LVDT est positionné parallèlement au déplacement, sa tige de lecture est en appui sur la butée.

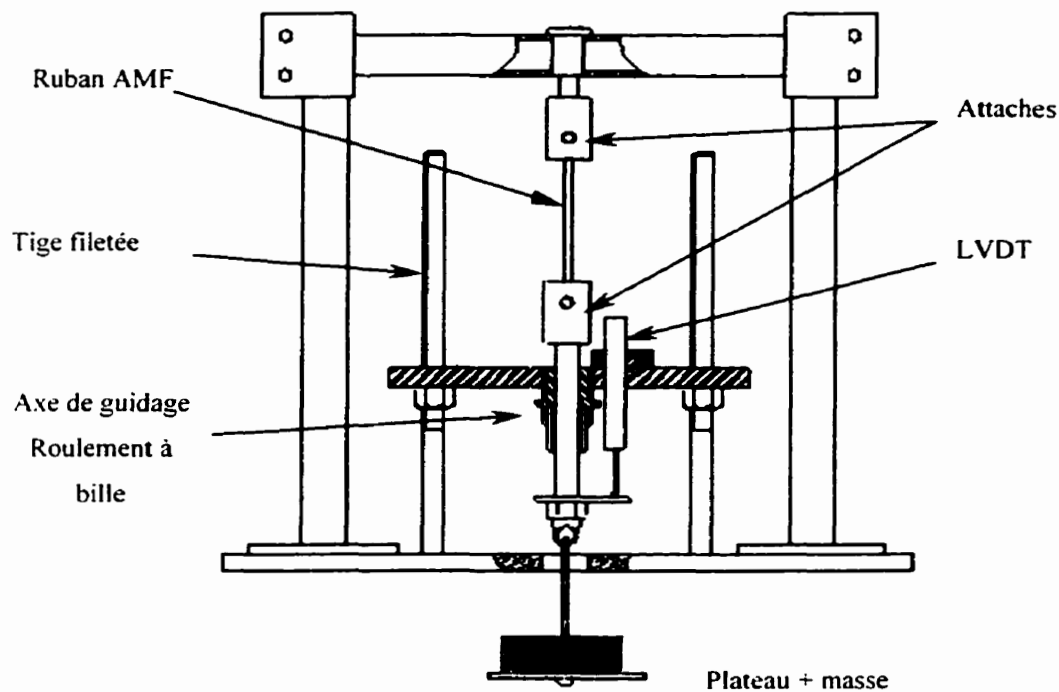


Figure 3-3 : Schéma de la machine de fatigue.

3.1.4 Maintien des échantillons

Le système d'attache des échantillons doit être soigneusement étudié. Plusieurs essais ont montré que les dimensions particulières du ruban ainsi que son état de surface ne permettent pas leur maintien par des attaches classiques, tels que des mandrins ou pièces de serrage standards. Plusieurs systèmes ont alors été imaginés. La solution retenue correspond aux rivets serrant les extrémités du rubans entre deux rondelles d'aciers (Figure 3-4). Les extrémités de l'échantillon, ainsi préparées, sont glissées dans deux rainures à l'intérieur des attaches, pour positionner les rondelles sur leurs rebords. Une cavité circulaire a été usinée afin de répartir l'effort de contact.

Un matériau composite à base de bakélite a été choisi pour réaliser les attaches. Ce matériau assure une isolation électrique entre l'échantillon et le reste de la machine tout en offrant une résistance mécanique suffisante.

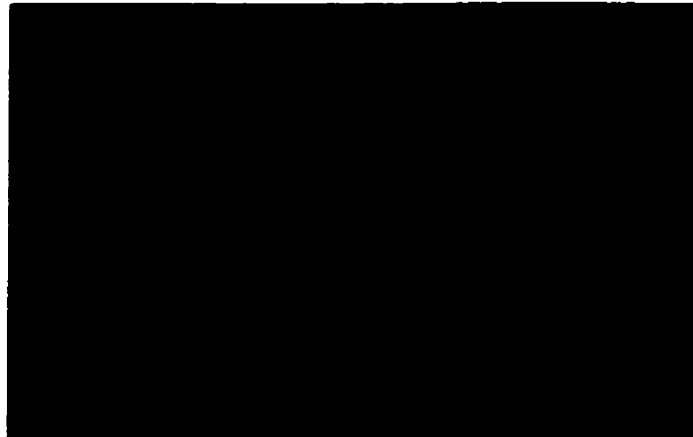


Figure 3-4 : Photographie des échantillons préparés et de leurs attaches.

3.2 Gestion électronique du banc de fatigue

Cette partie traite le second aspect de la machine de fatigue qui concerne sa gestion des opérations électroniques et pneumatiques. L'objectif principal est d'automatiser et d'asservir le maximum d'opérations, ainsi que de limiter la durée de chaque essai. Ces opérations permettent de supprimer les interventions de l'opérateur durant 10 000 cycles d'essais prévu pour une durée de 3 jours. L'asservissement de la machine de fatigue se divise en deux fonctions : une première traite de l'acquisition des données relatives au déplacement et à la température de l'échantillon et une seconde contrôle et commande les opérations de cyclage thermique.

3.2.1 Acquisition des données et commande des cycles thermiques

La Figure 3-5 représente le schéma électronique général gérant le banc de fatigue.

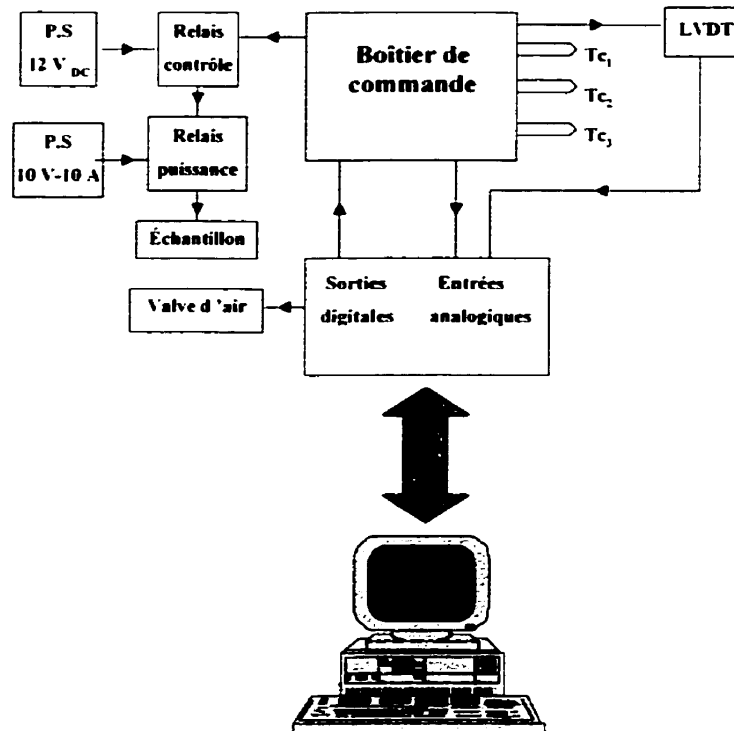


Figure 3-5 : Schéma du montage de commande du cyclage thermique.

Une programmation sur le logiciel *LabVIEW* (*Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench.*) permet de piloter la totalité des commandes nécessaires au bon fonctionnement des essais. La programmation sur *LabVIEW* est basée sur l'utilisation de fonctions pré-programmées que nous combinons de façon à obtenir un module fonctionnel tout en réalisant un panneau de commande et de lecture convivial (Figure 3-6).



Figure 3-6 : Tableau de commande de la machine de fatigue.

La description des différents éléments constituant le tableau de commande est la suivante :

- Timing (contrôle) : détermine le temps entre chaque acquisition (temps d'exécution de la boucle du programme).
- Time (indicateur) : indique le temps entre la capture des quatre signaux, soient les 3 températures et un déplacement.
- Marche-Arrêt (interrupteur) : mise en route du programme sur une boucle. La flèche en haut à gauche permet au programme d'effectuer des boucles successives.
- Chauffage (interrupteur) : actionne le chauffage de l'échantillon.

- Température de chauffe min. (contrôle) : détermine la température minimale des cycles thermiques.
- Température de chauffage max. (contrôle) : détermine la température maximale des cycles thermiques.
- Sauvegarde (interrupteur) : permet de débiter la sauvegarde des données.
- Acquisition (interrupteur) : permet de lire les signaux des thermocouples et du LVDT.
- Initialisation (interrupteur) : permet de faire le zéro de la lecture du LVDT.
- Compteur (indicateur) : indique le numéro du cycle en cours.
- LVDT (graphique supérieur): permet de visualiser le signal du LVDT dans le temps. Un indicateur digital donne la valeur numérique instantanée du signal.
- Températures (graphique inférieur) : permet de visualiser les signaux des trois thermocouples dans le temps. Trois indicateurs digitaux donnent les valeurs numérique instantanée des signaux, le plus gros affiche la valeur du thermocouple utilisé pour le contrôle.

Le programme spécifique à la machine de fatigue se divise en trois parties. La première concerne l'acquisition des données recueillies par les thermocouples et le LVDT, la seconde a pour tâche l'enregistrement des données, la troisième commande le cyclage thermique par le contrôle de l'asservissement des températures de l'échantillon.

1. Acquisition des données : l'acquisition des données est composée d'étapes chronologiques. Les signaux analogiques du LVDT et des thermocouples T_{c1} , T_{c2} et T_{c3} , sont lus puis acheminés à l'ordinateur pour être convertis en terme de déplacement (mm) et de température (Deg.C) puis stockées dans un fichier *Excel*.

2. Contrôle des cycles thermiques : le contrôle thermique, effectué simultanément avec le système d'acquisition, contrôle les phases de chauffage et de refroidissement de l'échantillon des cycles thermiques. Cette commande est donnée à partir des paramètres d'entrées qui sont les températures maximale T_{\max} et minimale T_{\min} , ainsi que la température de l'échantillon lue par le thermocouple. Les températures minimale et maximale, déterminées par l'opérateur, définissent les limites supérieure et inférieure des températures des cycles thermiques. Le contrôle thermique agit simultanément sur l'ouverture ou la fermeture du relais de puissance pour chauffer ou refroidir l'échantillon. Il agit également sur la valve électropneumatique qui libère de l'air sous pression sur l'alliage pour accélérer son refroidissement.
3. Enregistrement des données : rappelons que les essais de fatigue prévus avec cette machine concernent environ 10 000 cycles thermiques. Pour ne pas encombrer l'espace mémoire de l'ordinateur, l'opérateur sélectionne certains cycles qui lui apparaissent pertinents pour la description du comportement de l'alliage. Par exemple, l'opérateur peut sélectionner les 10 premiers, puis 1 cycle tous les 10 jusqu'à 200, et enfin 1 tout les 500 jusqu'à la fin de son essai.

Pour les cycles de refroidissement, des essais comparatifs ont montré que les températures lues par les thermocouples avec un refroidissement par convection forcée (refroidissement par jet d'air sous pression) sont inférieures à celle obtenues avec un refroidissement par convection naturelle ou l'alliage se refroidit à l'air ambiant. Pour supprimer cet effet, le programme active la valve électropneumatique uniquement lorsque le cycle thermique n'est pas sélectionné pour l'enregistrement. Cette action laisse ainsi l'échantillon se refroidir naturellement dans l'air ambiant pour les cycles enregistrés. L'accélération du refroidissement de l'échantillon concerne alors uniquement les cycles non enregistrés

3.2.1.1 Mesure des températures

La mesure de la température du ruban doit être suffisamment soignée pour obtenir des résultats expérimentaux satisfaisants. Pour cette machine de fatigue, cette opération devient très délicate en raison de facteurs liés à la géométrie de l'échantillon, aux températures élevées des cycles thermiques, et enfin aux grandes déformations de l'alliage. Face à ces spécifications, la lecture des températures par thermocouples a été préférée à d'autres plus coûteuses, et plus sensibles à l'influence de l'environnement telles que des lectures par cellule infra-rouge.

Généralité sur la thermométrie par thermocouple

Il existe sur le marché plusieurs types de thermocouples, chacun d'eux travaillant sur différentes plages de température. Les thermocouples sont constitués de deux conducteurs formant à leurs extrémités une jonction qui délivre une force électromotrice E linéaire sur de grands intervalles de température. La prise d'information du thermocouple se fait au niveau de la jonction dont les dimensions interviennent sur la sensibilité de mesure :

- le thermocouple permet des mesures de température ponctuelles.
- la capacité calorifique du capteur peut être très réduite, assurant une réponse élevée en terme de précision et de rapidité (inertie thermique).

La plage de températures, à l'intérieur de laquelle un thermocouple est utilisable, est limitée aux basses températures par la décroissance de son pouvoir thermoélectrique et aux hautes températures par des risques de contamination par l'atmosphère ambiante. La température maximale du couple est ainsi d'autant plus limitée que le fil est plus fin.

La partie soudée du thermocouple doit être d'un volume aussi réduit que possible pour éviter entre ses divers points des différences de température qui donneraient naissance à des forces électromotrices parasites et perturberaient la mesure : ce phénomène devient important pour des lectures de températures variables. Pour ces raisons, nous chercherons, pour notre application, à minimiser la taille du point de jonction par des thermocouples de faible dimension.

Mise en œuvre des thermocouples

Il n'existe pas de règles établies sur le dimensionnement du thermocouple, mais l'opérateur doit juste s'assurer de respecter une échelle subjective entre la taille du thermocouple et les dimensions ainsi que de la géométrie de l'objet sur lequel il est appliqué.

Les thermocouples, utilisés pour la machine de fatigue, sont de types K (chromel - alumel). Leur plage de température est de -270°C à 1250°C (rappelons que la plage de température des cycles thermiques est de 25°C à 120°C) donnant une précision de mesure de $\pm 3^{\circ}\text{C}$ de 0°C à 400°C et $\pm 0.75\%$ de 400°C à 1250°C (précision obtenue avec un thermocouple de diamètre 3.25 mm). La précision sera d'autant plus grande que le thermocouple sera petit, mais en contre partie, il devient plus sensible aux parasites électromagnétiques extérieurs (source d'alimentation électrique, ordinateur, etc...).

Dans notre cas, deux facteurs rendent la mesure de la température du ruban très délicate. Elle s'effectue d'une part sur une surface sujette à des échanges thermiques avec l'environnement, créant ainsi un gradient thermique dans le matériau. D'autre part, la température à mesurer varie en fonction des cycles thermiques qui chauffent et refroidissent les échantillons à des vitesses évaluées à environ 3°C/s .

La combinaison d'un thermocouple de faible diamètre avec un second de diamètre plus grand permet tenir compte de toutes ces contraintes. Une telle combinaison réduit la

jonction grâce au petit thermocouple, tout en limitant l'influence des parasites extérieurs en lui donnant une longueur minimale.

Nous avons donc adapté des thermocouples spécifiques à notre application en connectant un thermocouple de diamètre 800 μm mesurant 20 cm à un thermocouple de diamètre 30 μm de longueur 2 cm qui lira la température sur le ruban (Figure 3-7).

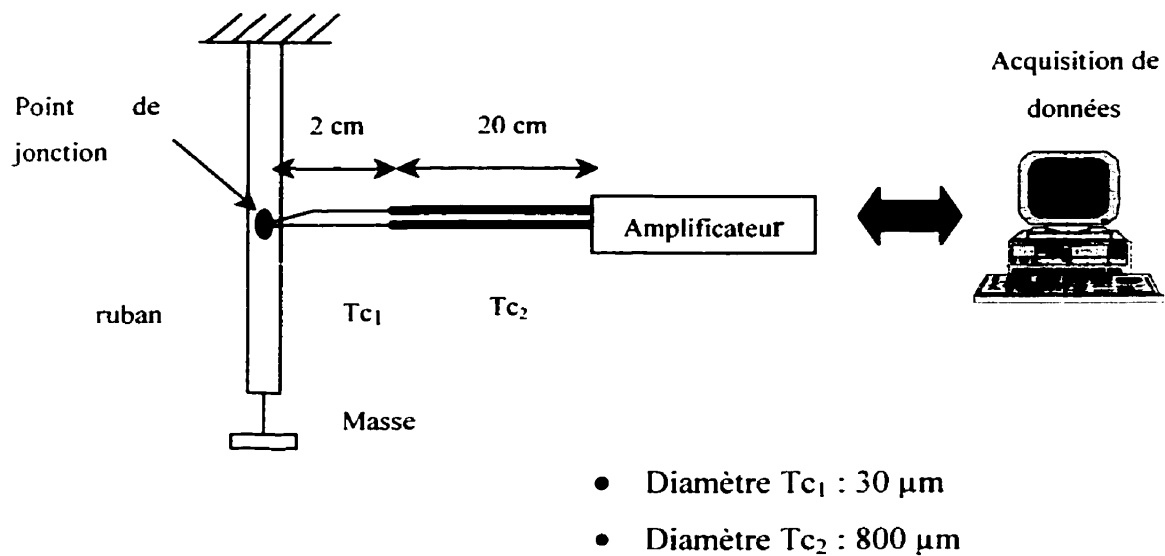


Figure 3-7 : Schéma des thermocouples pour la machine de fatigue.

Maintien des thermocouples

Le collage des thermocouples sur le ruban n'est pas une opération standard du fait des contraintes thermiques et mécaniques particulières que doit supporter l'adhésion. Les déformations de l'échantillon pouvant aller jusqu'à 10%, et les températures atteignant 120°C obligent le système de collage à présenter une "élasticité d'adhésion" ainsi qu'une tenue à haute température suffisantes. Les techniques standards de fixation d'un thermocouple sur une surface plane ou courbe consistent à le maintenir par des colles thermoconductrices et isolantes électriquement. Plusieurs essais avec différentes colles

ont montré leur inefficacité pour notre application. En effet, les colles supportent mal les déformations trop importantes de l'alliage ainsi que les températures occasionnées par les cycles thermiques.

Finalement, la technique adoptée pour nos essais fut de fixer les thermocouples par un ruban adhésif adapté aux hautes températures, technique assurant un collage même aux hautes températures des cycles thermiques et supportant les déformations du matériau. En revanche, l'ajout d'une couche de polymère si fine soit elle, autour du thermocouple, apporte une erreur de lecture difficilement évaluée à 5°C du fait du phénomène d'inertie thermique qu'elle crée autour de la jonction.

3.2.1.2 Chauffage des échantillons

Plusieurs possibilités ont été envisagées pour chauffer l'échantillon sur le banc de fatigue. Finalement, deux solutions ont été développées puis comparées expérimentalement au laboratoire : l'une chauffant l'échantillon par résistivité et l'autre par convection.

Chauffage par résistivité

Chauffer les éléments AMF par résistivité est une technique couramment utilisée notamment pour les systèmes actuateurs. Cette technique consiste à faire parcourir un courant électrique à travers l'échantillon AMF, qui par effet Joule, s'échauffe à la température désirée. Cette technique présente certains avantages technologiques du fait de la nécessité d'un montage simple (une source d'alimentation suffisamment puissante connectée aux extrémités de l'échantillon), cela apporte également une homogénéité remarquable de la température de l'échantillon.

a) Homogénéité des températures du chauffage par résistivité

Pour caractériser l'homogénéité des températures le long du ruban lorsque celui-ci est chauffé par résistivité, nous mesurons la température à différents endroits répartis sur toute la longueur de l'échantillon. L'échantillon Ni-Ti utilisé ici mesure 16 cm et subit au préalable 200 cycles de stabilisation thermique. Il est disposé verticalement sur le banc de fatigue sans subir aucune contrainte mécanique. La source d'alimentation impose une tension de 3V et un courant continu de 7A au travers l'échantillon. La lecture des températures s'effectue durant un cycle thermique complet, chauffage jusqu'à 90°C puis refroidissement par convection naturelle (température ambiante 25°C). Pour ces essais, nous disposons de trois thermocouples. La mesure s'effectue en deux étapes :

- Première étape : les trois thermocouples sont répartis sur la demi longueur supérieure de l'échantillon. Tc_1 au centre du ruban. Tc_2 et Tc_3 tous distants de deux centimètres (Figure 3-8).
- Deuxième étape : on évalue ici l'influence thermique des attaches sur la température du ruban, un thermocouple, noté Tc_4 sur la Figure 3-8, est placé à l'intérieur de l'attache et collé sur le ruban.

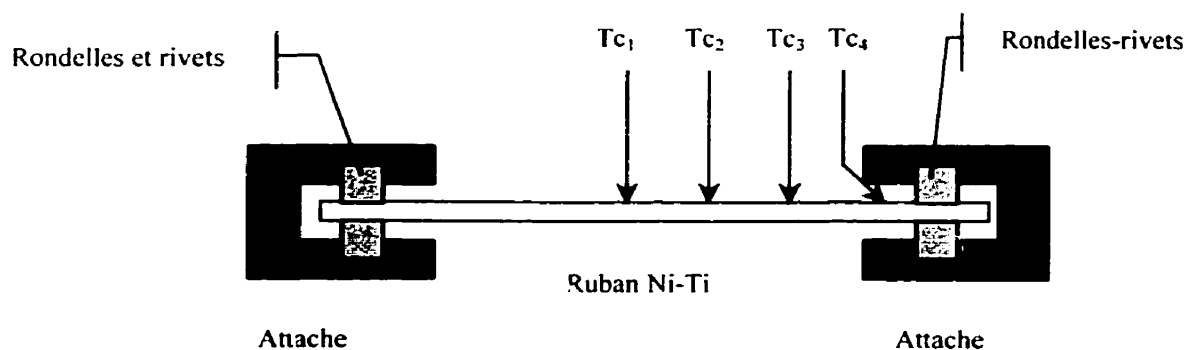


Figure 3-8 : Disposition des thermocouples pour la caractérisation de l'homogénéité des températures du ruban lors du chauffage par effet Joule.

Les courbes température en fonction du temps sont regroupées sur la Figure 3-9. Les portions de courbes ascendantes caractérisent le cycle de chauffage, les portions descendantes caractérisent le refroidissement. Plusieurs conclusions peuvent être énoncées :

- Au cycle de chauffage, le champ de température semble relativement homogène sur toute la longueur du ruban, homogénéité traduite par des tendances entre les courbes obtenus avec les thermocouples T_{c1} , T_{c2} et T_{c3} identiques. Toutefois, une attention particulière permet d'observer un léger décalage en température vers le bas lorsque le point de mesure se rapproche de l'attache.
- Au refroidissement, la température du ruban paraît homogène, mais comme précédemment, nous observons un léger décalage en température qui est cette fois-ci vers le haut lorsque l'on se rapproche de l'attache.

Ces phénomènes décrivent l'inertie thermique des attaches qui forment des puits thermiques aux extrémités de l'échantillon. La seconde mesure, faite à l'intérieur de l'attache, confirme cette tendance. La courbe superposée aux premières mesure de la Figure 3-9 montre un décalage de 20°C lorsque T_{c1} est à 90°C . Il est important de noter que la divergence des deux courbes débute aux alentours de 50°C , température correspondant à la transformation martensitique de notre alliage. Ceci signifie que le changement de phase débute au même moment dans tout le matériau, ce qui est nécessaire pour définir la longueur effective du ruban à chaque instant.

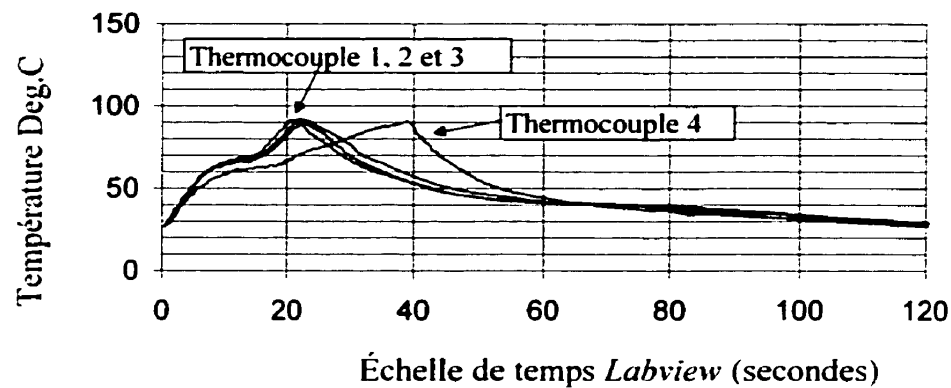


Figure 3-9 : Caractérisation de l'homogénéité des températures par effet Joule le long d'un ruban Ni-Ti.

Chauffage par convection

Chauffer un AMF par convection est d'usage tout aussi courant que par effet Joule. Il s'agit cette fois ci de chauffer l'environnement de l'alliage pour l'amener à la température voulue. La motivation de développer ce type de chauffage est de permettre de limiter au maximum l'erreur de lecture des thermocouples. En effet, par ce mode de chauffage, la jonction du thermocouple se trouve dans un environnement en température formé par la surface du ruban et l'air chauffé de l'environnement. L'erreur de lecture du thermocouple est alors dépendante de l'homogénéité thermique entre le ruban et son environnement. Pour cela, une boîte ouverte à ces deux extrémités vient se positionner sur la machine de fatigue autour de l'échantillon. Un "heat gun" envoie de l'air chaud à 140°C dans cette enceinte de façon à ce que la circulation de l'air s'effectue autour de l'AMF.

Homogénéité des températures du chauffage par convection

Une caractérisation de l'homogénéité similaire à celle du chauffage par effet Joule a été menée. L'échantillon, identique à celui pour les mesures faites par résistivité, est disposé sur la machine de fatigue sans être chargé mécaniquement. La lecture des températures s'effectue sur un cycle thermique complet : chauffage par convection jusqu'à 90°C, puis refroidissement par convection libre. Deux cycles de mesures ont été nécessaires pour cette caractérisation.

1. La première mesure caractérise l'homogénéité de la température du ruban. Pour cela trois thermocouples sont disposés le long d'un ruban Ni-Ti : thermocouple Tc₂ placé au centre de l'échantillon, les thermocouples Tc₁ et Tc₃ aux extrémités supérieure et inférieure distants d'un centimètre des attaches (Figure 3-10).
2. La deuxième caractérise l'influence thermique des attaches sur la température du ruban. Pour cela deux thermocouples sont placés cette fois ci dans les attaches inférieure et supérieure et collés sur le ruban (Figure 3-10)

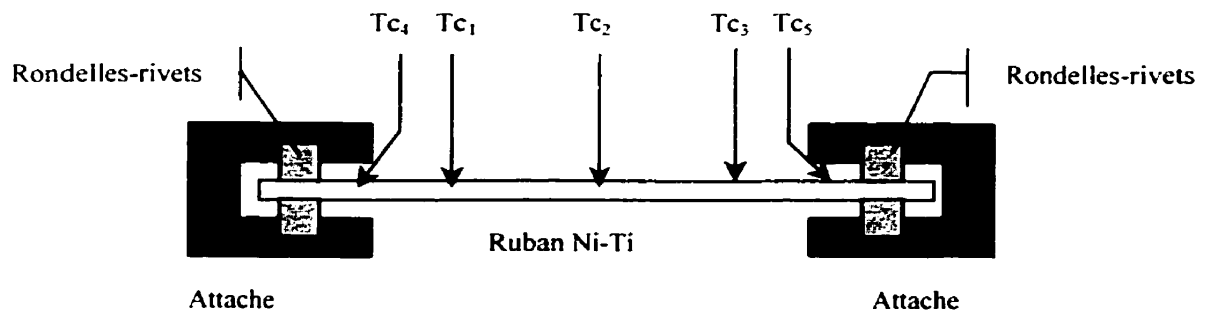


Figure 3-10 : Disposition des thermocouples pour la caractérisation de l'homogénéité de la température du ruban par chauffage par convection.

Les résultats des deux mesures sont regroupés à la Figure 3-11. Les courbes températures–temps montrent un gradient de température le long du ruban : lorsque la température lue au centre de l'échantillon (T_{c2}) atteint 90°C , T_{c1} est supérieur de 5°C à T_{c2} , et T_{c3} est de 15°C inférieure à T_{c2} . Le mouvement ascendant de l'air chaud à l'intérieur de la chambre influence grandement la température du ruban, il devient alors difficile, de par ce phénomène, d'uniformiser totalement la température de l'échantillon.

Cette hétérogénéité de la température est d'autant plus marquée lorsque la mesure est prise dans les attaches où nous observons que la température n'arrive pas à dépasser 40°C , alors que le thermocouple placé au centre de l'échantillon indique 90°C . Cette forte hétérogénéité devient très importante pour les cycles thermiques, car elle montre qu'une partie du matériau n'atteindra jamais la température requise pour pouvoir se transformer en austénite.

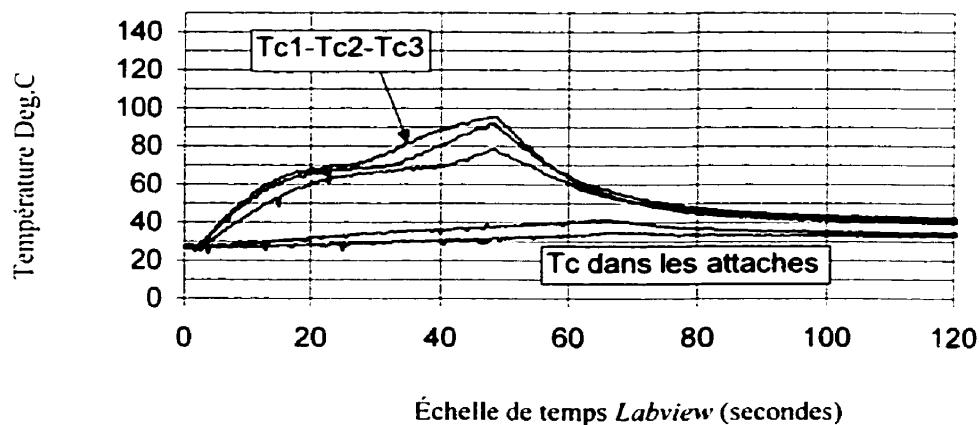


Figure 3-11 : Homogénéité de la température le long d'un ruban Ni-Ti par chauffage par convection.

Influence de l'hétérogénéité des températures sur les cycles thermiques

L'hétérogénéité de la température le long des rubans influe sur la précision des lectures des cycles thermiques à charge constante. La Figure 3-12 compare les deux modes de chauffage décrits précédemment, effet Joule et convection.

Les essais ont été réalisés sur un même échantillon Ni-Ti ayant subi un nombre jugé suffisant de cycles de stabilisation thermomécanique (300 cycles). La contrainte appliquée sur l'échantillon est de 73 MPa. Un cycle est obtenu en chauffant l'alliage par effet Joule avec un courant de 7 A, et l'autre par convection. Dans les deux cas, le refroidissement de l'échantillon s'effectue par convection naturelle. Le point de mesure de la température est situé au centre de l'échantillon.

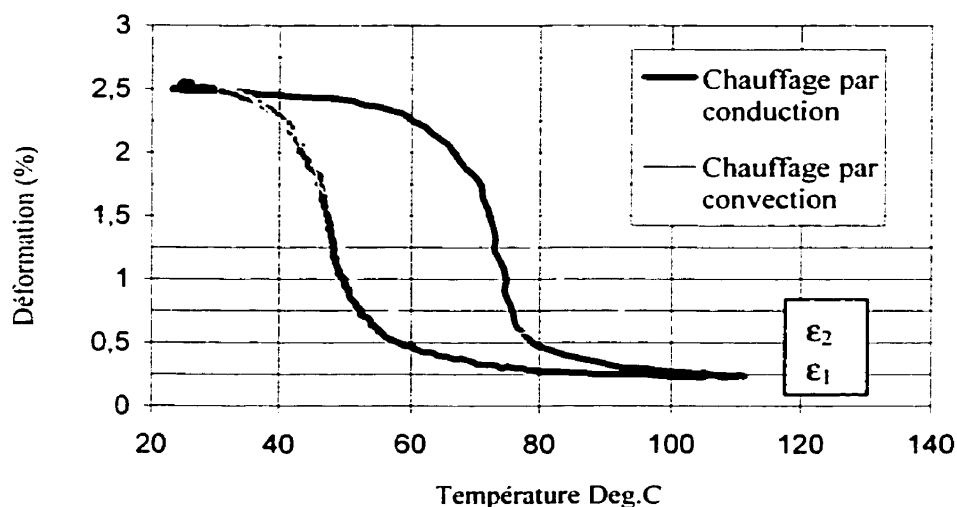


Figure 3-12 : Comparaison de cycles thermiques à charge constante obtenus sur l'alliage Ni-Ti par chauffage convection et par effet Joule.

Comparaison des deux cycles :

1. Les deux cycles présentent des cycles de refroidissement identiques, alors que pour le mode de chauffage par convection, les températures mesurées avec le chauffage par convection sont 5°C plus hautes que par résistivité. Cette différence constante de 5° C se reflète naturellement sur les largeurs d'hystérésis de 30°C avec le chauffage par effet Joule et 35°C pour le chauffage par convection.
2. D'un point de mécanique, pour une déformation initiale en phase martensitique de 0.25 %, le matériau présente deux niveaux de déformation austénitique différents notés ε_1 et ε_2 dépendant du mode de chauffage. Par conduction, la déformation mesurée à haute température est de 2%, alors que pour le chauffage par convection elle n'est que de 1.8%. Cette différence est la cause directe de la non homogénéité des température lors du chauffage par convection. En effet, lors du cycle de chauffage par convection, l'inertie thermique des attaches limite en température les extrémités du ruban situées à l'intérieur des attaches (Figure 3-11). Les extrémités du ruban, restant en phase martensitique, ne sont plus actives lors de l'échauffement. La longueur effective du ruban s'en retrouve raccourcie et diminue ainsi l'effet mémoire du matériau.

Après un certain nombre de cycles thermiques, le cycle obtenu avec le chauffage par convection va se déplacer vers des déformations plus faibles, jusqu'à ce que sa déformation de la phase austénitique coïncide à celle du mode de chauffage par résistivité. Nous observons à nouveau l'écart des déformations mais cette fois ci en phase martensitique. Ce phénomène n'est que la conséquence de l'inertie thermique des attaches qui devient après un certain nombre de cycles une source de chaleur importante pour les extrémités du ruban. En effet, les cycles de chauffage par convection répétés vont amener la température des attaches à une température à A_r . De ce fait, les extrémités du ruban situées à l'intérieur de ces attaches resteront à cette température, soit en phase austénitique, et ce même pendant le cyclage thermique complet.

Choix du mode de chauffage de l'échantillon

Ces analyses nous permettent d'argumenter le choix d'un mode de chauffage pour les essais de fatigue qui s'est finalement prononcé pour le chauffage par résistivité. La justification de ce choix vient des deux aspects qui ont été traités : les erreurs de lecture de la déformation et des températures de l'échantillon.

La comparaison des deux modes de chauffage nous a montré que par effet Joule, nous observerons une erreur de lecture de la température pour le cycle de chauffage. En revanche, cela nous donne une valeur fiable des déformations par une homogénéité du ruban en température. Par convection, la lecture des températures semble plus juste, mais il a été prouvé que l'erreur observée pour les déformations varie en fonction du nombre de cycles.

Pour les cycles de fatigue, il va de soi qu'il convient de se définir un mode de chauffage donnant des erreurs de lecture minimales. Le principal objectif étant de décrire de façon précise l'évolution du comportement de l'alliage qualitativement avec notamment des erreurs de lecture constantes tout au long de l'essai, le chauffage par résistivité présente les meilleurs caractéristiques.

3.3 Comportement en fatigue de l'alliage Ni-Ti

Ce paragraphe décrit le comportement de l'alliage 49.9% Ni-Ti soumis à des cycles thermiques à charge constante. Ce comportement est caractérisé à partir de l'évolution des cycles d'hystérésis obtenus par le diagramme de déformation de l'alliage en fonction de la température (Figure 3-13).

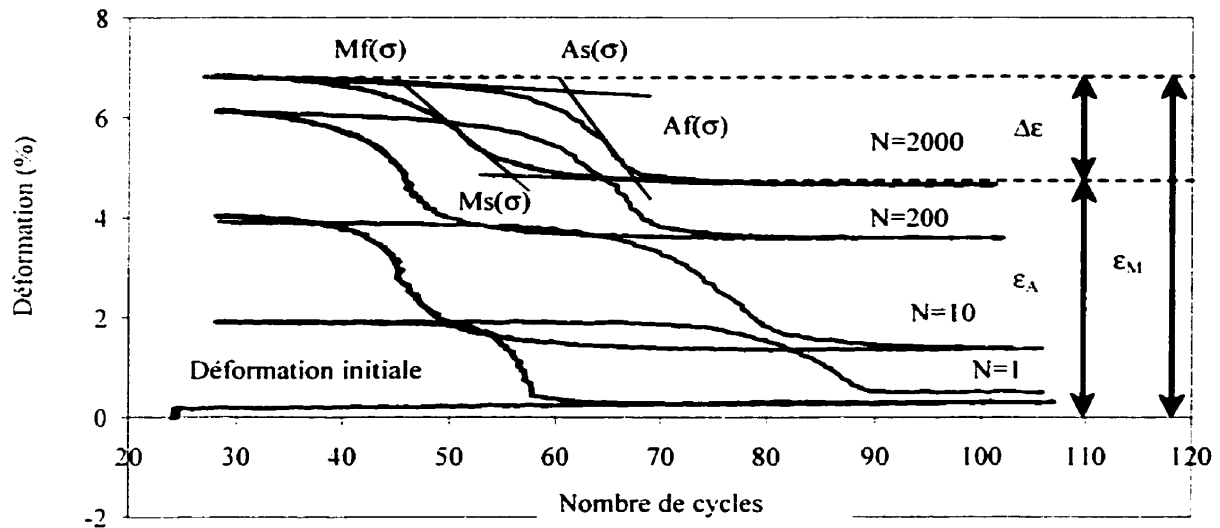


Figure 3-13 : Définition des mesures des températures de transformations de phase, des déformations et de l'effet mémoire à partir des cycles de fatigues thermiques à charge constante.

Ce diagramme montre l'évolution du comportement de l'alliage durant un cyclage thermique sous une charge constante. Les valeurs ϵ_M et ϵ_A représentent les déformations respectives des phases martensitique et austénitique pour chaque cycle, à partir desquelles nous déterminons $\Delta\epsilon = \epsilon_M - \epsilon_A$ correspondant à la déformation réversible due à l'effet mémoire développé par le matériau. La déformation initiale identifie la déformation de l'alliage en phase martensitique lors de la mise en charge de

l'échantillon avant le début du cycle thermique. Les températures de transformation de phase relative à la charge σ sont déterminées par une méthode de tangente (Figure 3-13).

3.3.1 Méthodologie expérimentale

La caractérisation du matériau, présentée au chapitre 2, a permis de définir une nouvelle méthode expérimentale pour déterminer la température de traitement thermique optimale. Cette méthode est fondée sur un compromis entre la chaleur latente de transformation de phase et la dureté de l'alliage. La température de traitement thermique ainsi déterminée est 550°C pendant une heure pour l'alliage 49.9% Ni-Ti.

Cette température optimale doit maintenant être validée par des essais de fatigue thermique à charge constante. Pour cela, trois échantillons provenant toujours du même ruban de composition 49.9% Ni-Ti ont été préparés. Chaque échantillon est traité à une température de traitement thermique spécifique centrée sur la température optimale : soient 475°C, 550°C et 625°C. Les traitements thermiques durent 1 heure puis sont complétés par une trempe. La charge appliquée à chaque échantillon est de 55 MPa. Chaque échantillon subit 10 000 cycles thermiques avec des températures de cycle variant entre la température ambiante 25°C (matériau en phase martensitique) et 100°C (matériau en phase austénitique).

3.3.2 Résultats des cycles de fatigue

La Figure 3-14 regroupe les résultats des 10 000 cycles de fatigue réalisés sur les échantillons Ni-Ti traités à 475°C, 550°C et 625°C pendant une heure, sous une charge de 55 MPa. Ces diagrammes mettent en évidence l'évolution des propriétés de l'alliage en fonction du nombre de cycles : températures de transformation de phase, déformations martensitique et austénitique et largeur d'hystérésis.

Une première analyse montre un comportement similaire entre les trois échantillons. Cependant, certaines nuances s'observent concernant notamment les températures de transformation de phase, dont leurs évolutions semblent liées à la température de traitement thermique.

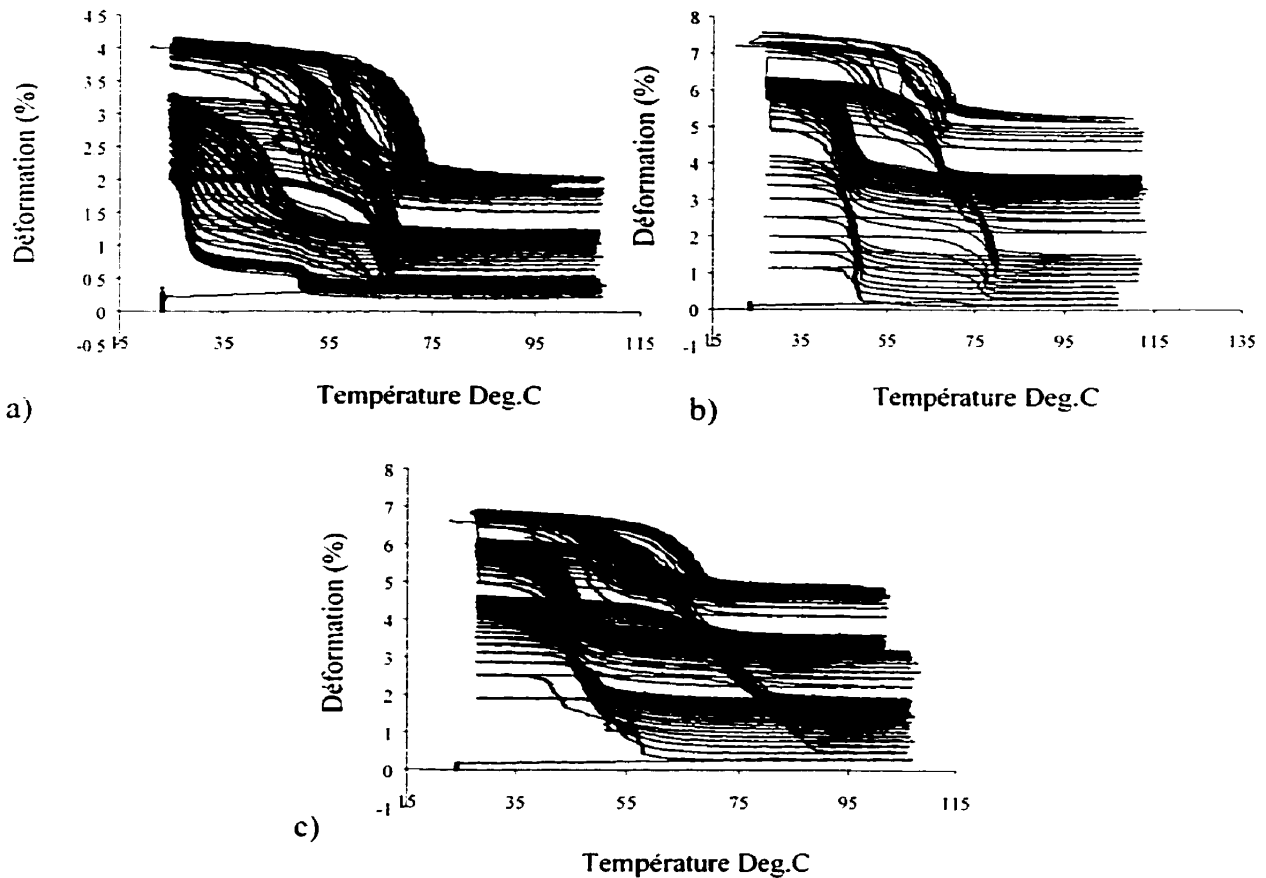


Figure 3-14 : Représentation des 10 000 cycles thermiques sous une charge de 55 MPa obtenus avec l'alliage 49.9% Ni-Ti traité thermiquement aux températures de : a) 475°C, b) 550°C, c) 625°C pendant une heure suivi d'une trempe.

3.3.2.1 Évolution des températures de transformation de phase

Les évolutions des températures de transformation de phase des échantillons recuits aux températures de 475°C, 550°C et 625°C en fonction du nombre de cycles thermiques sont regroupées à la Figure 3-15.

Pour tous les traitements thermiques, une diminution des hystérésis des températures est observée lorsque le nombre de cycles thermiques augmente. Les températures $M_S(\sigma)$ et $M_F(\sigma)$, caractéristiques de la transformation directe austénite→martensite, sont affectées par les cycles thermiques. Nous observons deux stades d'évolutions : $M_S(\sigma)$ et $M_F(\sigma)$ diminuent lors des premiers cycles et ensuite augmentent légèrement. Cet effet s'observe sur les échantillons recuit à 550°C et à 625°C où l'étendue de ces évolutions dépend de la température de traitement thermique. L'augmentation de $M_S(\sigma)$ et $M_F(\sigma)$ débute au 20^{ième} cycle pour l'alliage recuit à 550°C, et au 100^{ième} cycle avec un recuit à 625°C. Pour l'alliage recuit à 475°C, l'augmentation débute dès le premier cycle.

Pour la transformation inverse, martensite→austénite, les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ diminuent graduellement pour se stabiliser après un certain nombre de cycles thermiques, évolutions observées avec les échantillons recuits aux températures de 550°C et 625°C. Cependant, les nombres de cycles marquant les débuts des états stables des températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$, pour ces deux recuits, sont identiques à ceux identifiant le début de l'augmentation des températures $M_S(\sigma)$ et $M_F(\sigma)$. En revanche, les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ pour l'alliage recuit à 475°C se stabilisent dès les premiers cycles thermiques.

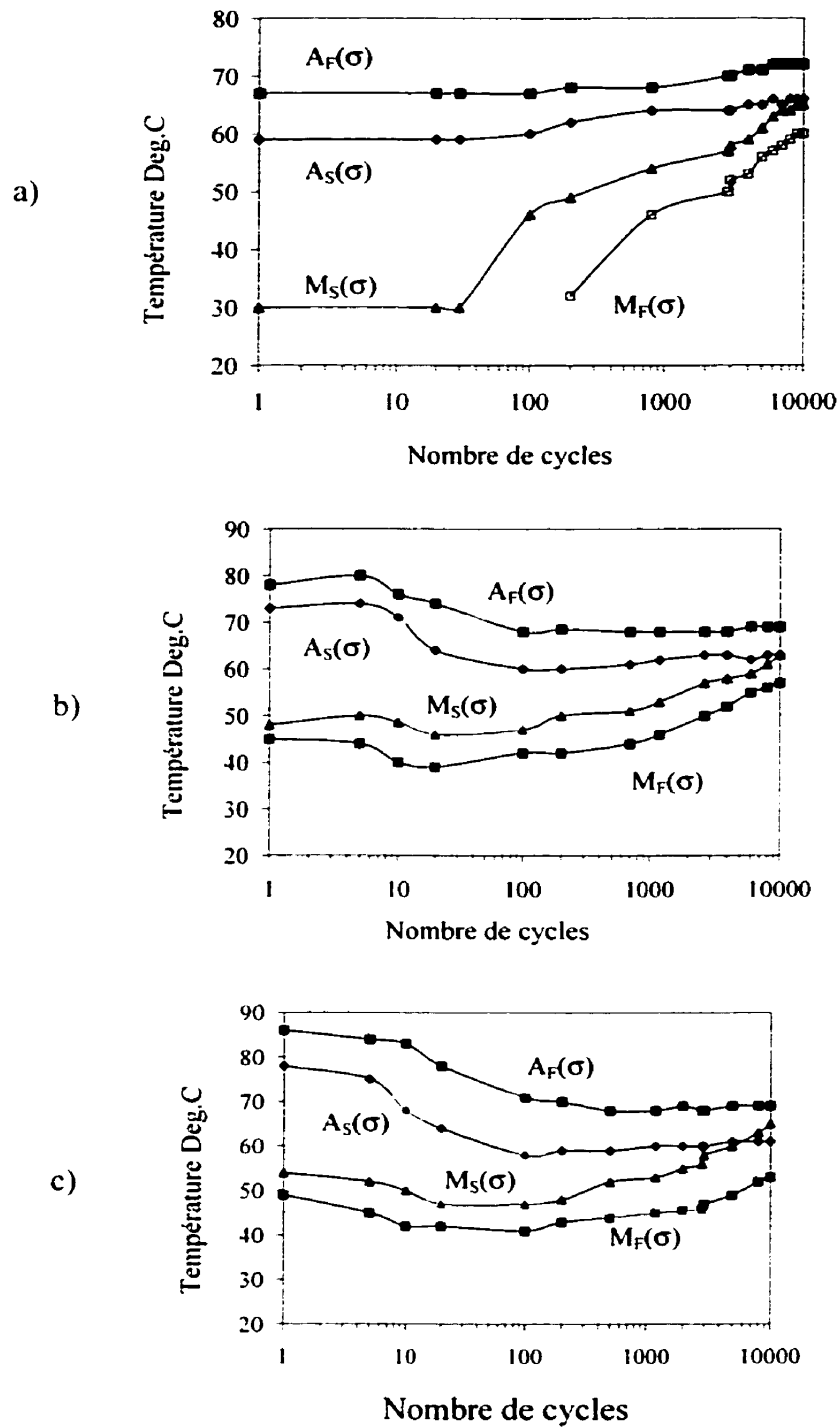


Figure 3-15 : Températures de transformation de phase en fonction des cycles thermiques à charge constante. recuit : a) 475°C, b) 550°C et c) 625°C.

3.3.2.2 Évolution de l'effet mémoire $\Delta\epsilon$

L'évolution des déformations $\epsilon_{\text{Martensite}}$, $\epsilon_{\text{Austénite}}$ et $\Delta\epsilon$ (effet mémoire) en fonction du nombre de cycles thermiques sont présentés à la Figure 3-16 pour trois températures de recuit.

La croissance de $\Delta\epsilon$ lors des 10 à 15 premiers cycles s'observe pour les trois traitements thermiques. Ceci résulte de l'accommodation de la martensite lors des cycles thermiques qui augmente sa déformation plus rapidement celle de l'austénite. Cependant, plusieurs cycles thermiques sont nécessaires pour observer l'augmentation de l'effet mémoire double sens $\Delta\epsilon$.

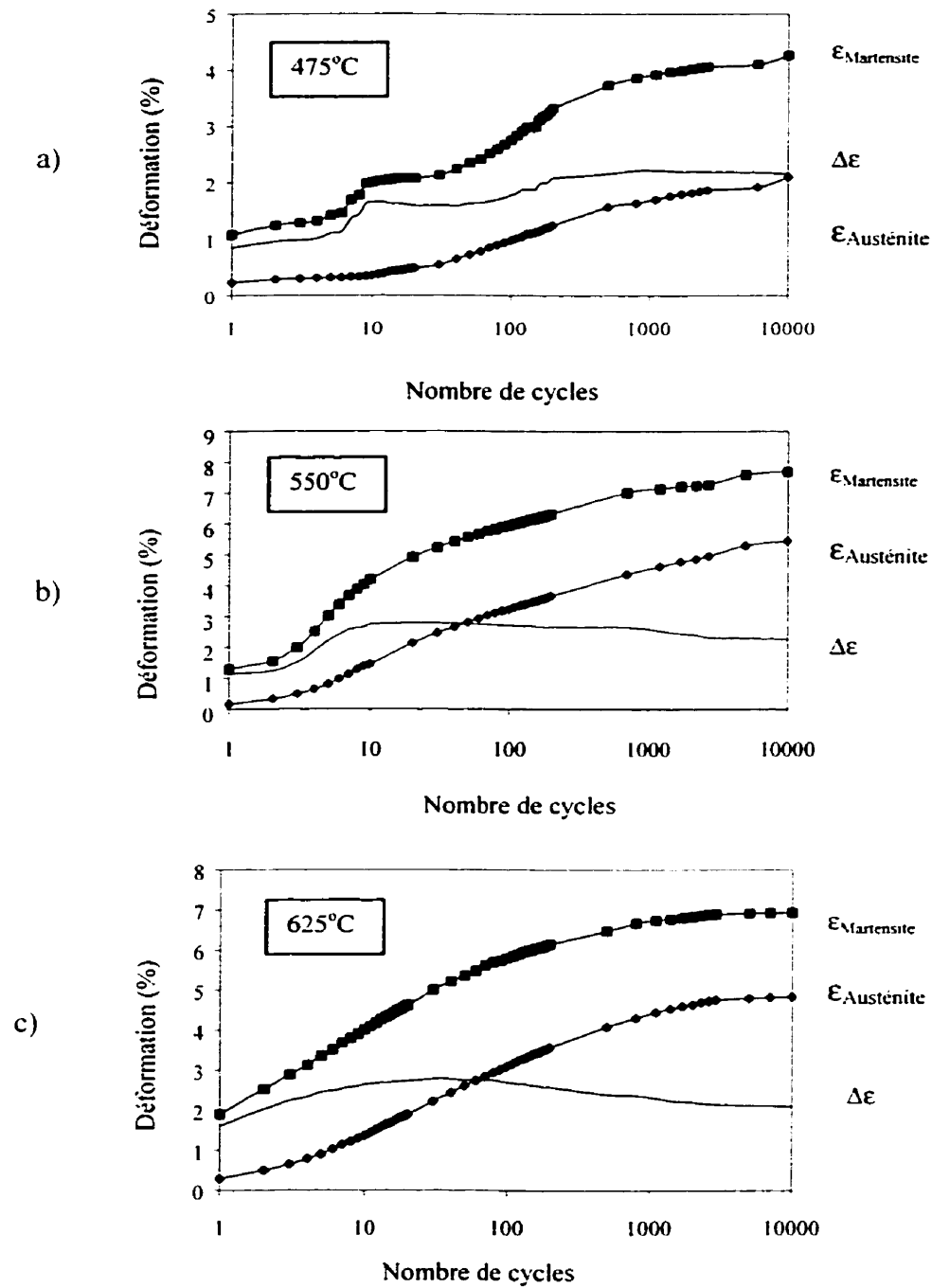


Figure 3-16 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques pour les recuits a) 475°C, b) 550°C et c) 625°C.

3.3.3 Essais complémentaires

Deux autres séries d'essais ont été effectuées pour mettre en évidence l'effet de la charge sur le comportement en fatigue de l'AMF. La Figure 3-17 représente l'évolution des déformations martensitique et austénitique durant 300 cycles thermiques soumis à une charge de 100 MPa. L'échantillon a subi au préalable un traitement thermique à 550°C pendant une heure suivi d'une trempe. Les courbes montrent des déformations des phases austénite et martensite plus importantes, mais l'évolution de l'effet mémoire ne semble pas présenter la croissance observée lors des premiers cycles sous 55 MPa. Il atteint son maximum dès le premier cycle pour ensuite diminuer. Les évolutions des températures se distinguent des résultats précédents. Les températures $M_S(\sigma)$ et $M_F(\sigma)$ augmentent graduellement avec les cycles, alors que l'on observe une tendance inverse mais plus marquée pour les températures $A_S(\sigma)$ et $A_F(\sigma)$ (Figure 3-18).

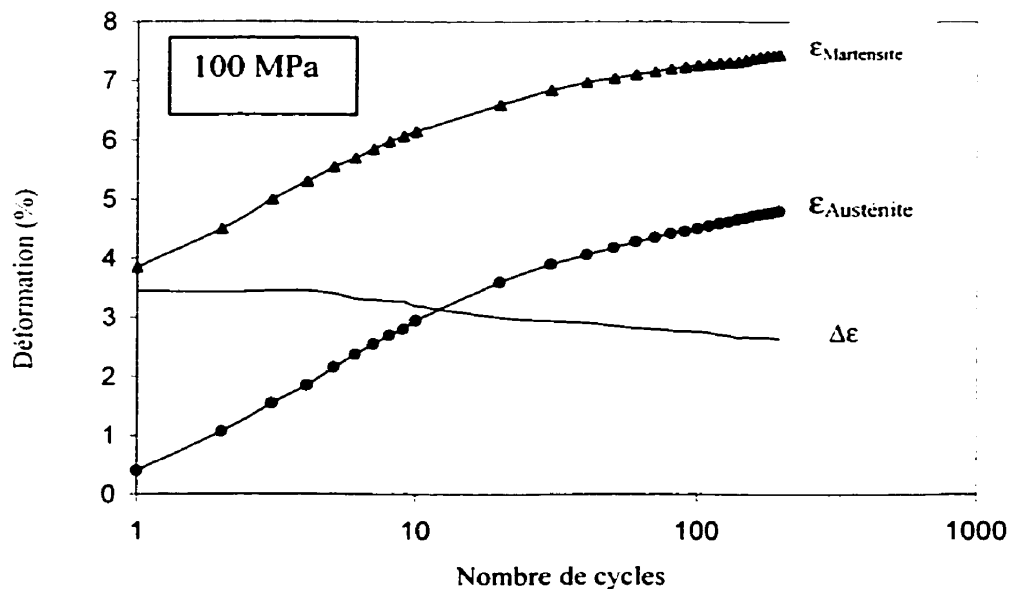


Figure 3-17 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 100 MPa (recuit 550°C une heure suivi d'une trempe).

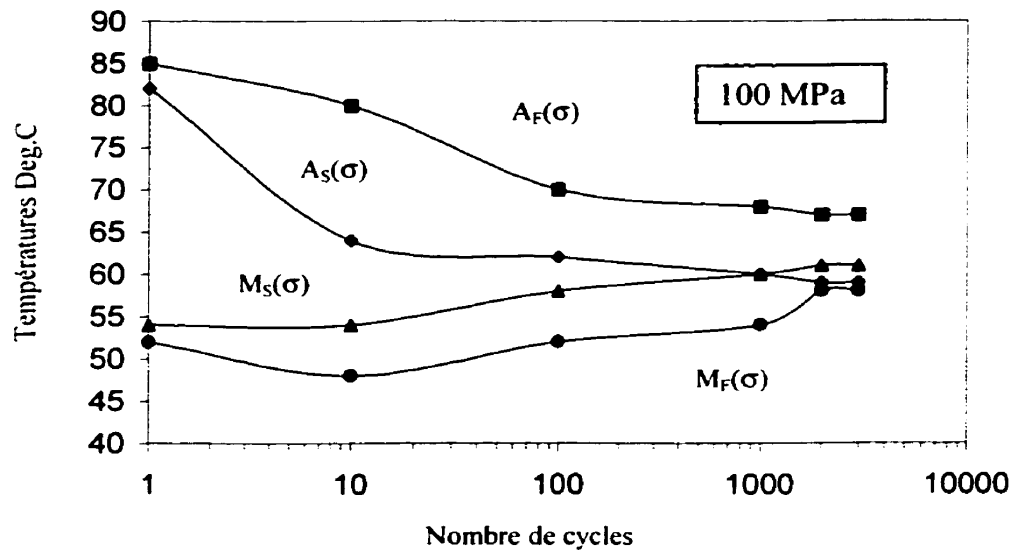


Figure 3-18 : Évolution des températures de transformation de phase en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 100 MPa.

Un dernier essai de fatigue consiste à étudier le comportement du matériau lorsque celui-ci a subi un traitement thermique sous une charge constante. La charge appliquée à l'AMF durant son traitement thermique est identique à celle de l'essai soit 55 MPa. Le traitement dure 1 heure à 550°C. La Figure 3-19 présente les évolutions des déformations ainsi que l'effet mémoire. On retrouve ici l'évolution en deux temps de l'effet mémoire décrit pour l'alliage traité à 550°C sans charge, en observant son augmentation jusqu'au 10^{ème} cycle suivi d'une phase de stabilisation.

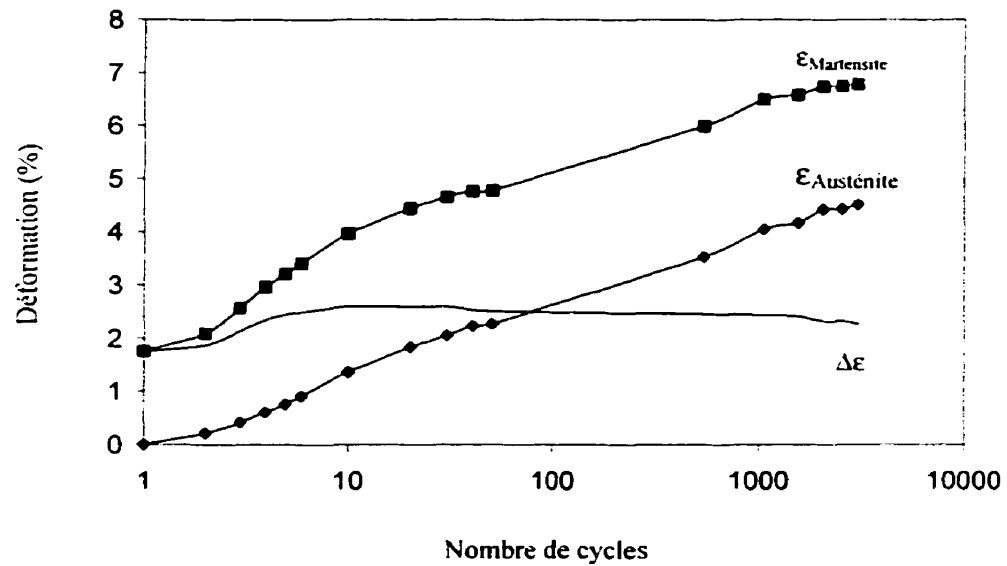


Figure 3-19 : Évolution des déformations martensitique et austénitique en fonction du nombre de cycles thermiques sous une charge de 55 MPa (traitement thermique effectué à 550°C pendant une heure suivi d'une trempe sous une charge constante de 55 MPa).

Chapitre 4 Caractérisation microstructurale du comportement de l'alliage

4.1 Présentation et buts de l'analyse microstructurale

L'étude menée au chapitre 3 sur le comportement en fatigue d'un AMF décrit les évolutions des caractéristiques du matériau en fonction du nombre de cycles thermiques à travers l'étude des températures de transformation de phase et de l'effet mémoire du matériau. Ces évolutions, observées à l'échelle macroscopiques, sont le reflet de modifications de la structure interne du matériau. Il nous est apparu intéressant de poursuivre cette étude par la caractérisation du comportement de l'alliage mais, cette fois-ci au moyen d'une expertise microstructurale. Plusieurs outils permettent de réaliser des études microscopiques : microscope optique, microscope électronique à balayage et à transmission, et diffractomètre de rayons X.

Pour décrire au mieux les phénomènes mis en jeu lors des cycles thermomécaniques, nous allons caractériser l'évolution de la microstructure de l'alliage *in situ*, c'est à dire en observant la microstructure du matériau tout en lui appliquant des cycles de fatigue thermique à charge constante. Il est difficile de voir un mécanisme de chargement thermomécanique adapté aux configurations des microscopes électroniques à balayage ou à transmission. Cependant, le diffractomètre de rayons X "*X-Peri*" de Phillips possède suffisamment d'espace dans son enceinte de mesure pour mener à bien ce projet.

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse des structures cristallographiques performante et non destructive. Appliquée aux AMF, elle devient un outil de caractérisation très intéressant, du fait du caractère cristallographique important de la transformation martensitique. Nous allons dans ce chapitre caractériser grâce à cette méthode le comportement de l'alliage Ni-Ti soumis à un cyclage thermique sous charge constante, une sollicitation thermomécanique similaire à celle appliquée sur le banc de fatigue macromécanique décrit au chapitre 3.

4.2 Banc de fatigue dédiée à l'étude microstructurale de l'AMF

Le système mécanique dédié au diffractomètre de rayons X permet d'effectuer l'analyse microstructurale des AMF tout en les soumettant à un cyclage thermique sous contrainte constante. Pour concevoir au mieux le système mécanique, il faut prendre en compte les restrictions de diffraction imposées par les règles de mesure par diffraction des rayons X.

4.2.1 Principe de la diffraction des rayons X sur un cristal.

Le phénomène physique à la base de la diffraction des rayons X est l'interaction des radiations de faibles longueurs d'ondes (quelques Angstrom) sur les atomes d'un réseau cristallin. Initialement, cette technique fut développée par les minéralogistes et les chimistes dans le but de caractériser géométriquement différentes structures cristallographiques par la mesure des distances interatomiques ainsi que des angles interplanaires pour en définir les propriétés physiques. Dans le cas de corps cristallisés, on peut restreindre l'analyse du phénomène d'interaction des rayons X avec la matière à celle de l'absorption et de la diffusion élastique.

Le principe de la mesure par diffraction de rayons X consiste à mesurer l'intensité du faisceau diffracté à partir d'un faisceau incident sur un échantillon cristallin. La diffraction des rayons X est due essentiellement à l'interaction radiation-matière, qui entraîne un déphasage entre les ondes incidente et diffractée, phénomène qui est à la base des techniques d'interférométrie.

Cet effet s'observe pour tous les phénomènes ondulatoires, notamment pour les rayons X. La diffraction sur un réseau cristallin va créer des différences de chemin entre les ondes incidentes et réfléchies. L'amplitude de l'onde diffractée par une maille est appelée facteur de structure F_{hkl} . La Figure 4-1 illustre la section d'un cristal où les atomes sont disposés parallèlement aux plans A, B, C et D normaux au plan de la figure, séparées d'une distance d' les uns par rapport aux autres. Cette illustration suppose que les rayons X incidents au cristal sont parallèles et monochromatiques de longueur d'onde λ . Son angle d'incidence noté θ , appelé angle de *Bragg*, se définit par rapport à la normale des plans du cristal.

Sous certaines conditions décrites à la Figure 4-1 (condition de réflexion de Bragg), les rayons incidents sur le cristal diffractent suivant le même angle θ d'incidence. Sur le plan d'atomes noté A, les rayons incidents I et Ia diffractent sur les atomes K et P . Ces deux rayons qui sont en phase sur le front d'onde initial XX' restent cohérents sur le front d'onde final YY' . La différence du chemin entre ces deux rayons s'écrit :

$$QK - PR = PK \cos \theta - PK \cos \theta = 0$$

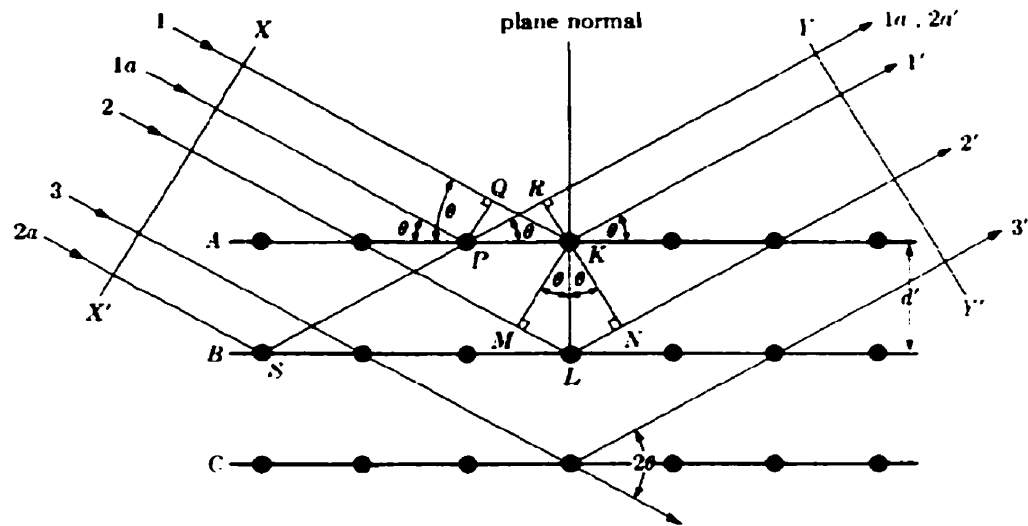


Figure 4-1 : Diffraction d'un rayon X sur un cristal.

Cela reste vrai pour tous les rayons dispersés par tous les atomes du premier plan dans la direction parallèle à $1'$. Pour les atomes des plans inférieurs, par exemple les atomes K et L sur lesquels les rayons 1 et 2 se dispersent, la différence de chemin s'exprime en fonction de θ et d' par la relation

$$ML + LN = d' \sin \theta + d' \sin \theta$$

Ces deux rayons restent cohérents après la diffraction si la différence du chemin parcouru correspond à un nombre entier de la longueur d'onde λ , soit

$$n\lambda = 2d' \sin \theta$$

Cette formulation connue sous le nom de relation de Bragg caractérise la condition de diffraction des rayons X sur un cristal, où n représente l'ordre de diffraction.

4.2.1.1 Angle de Bragg

Les deux facteurs géométriques intervenant dans la diffraction des rayons X sont l'angle entre le faisceau incident ou le faisceau diffracté définis par rapport à la normale au plan de réflexion et l'angle entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi égal à 2θ (Figure 4-1). La condition de diffraction d'un rayon X sur un cristal est décrite par la relation de Bragg qui s'écrit de la façon suivante :

$$\frac{n\lambda}{2d'} = \sin\theta \leq 1$$

Cette formulation montre que $n\lambda$ ne peut être supérieur à $2d'$. Soit, pour $n=1$, la condition pour que la diffraction soit observable à l'angle 2θ devient donc $\lambda \leq d'$

L'équation de Bragg qui décrit la condition de diffraction, s'écrit plus généralement sous la forme suivante en considérant la réflexion du premier ordre, soit $d = d'/n$:

$$\lambda = 2d \sin\theta$$

4.2.1.2 Le diffractomètre X'Pert

Le diffractomètre RX "X'Pert" a été choisi pour son espace libre permettant d'effectuer ce type de mesure. Il est suffisamment important pour concevoir raisonnablement un tel montage de mesure. La Figure 4-2 décrit l'appareil en représentant la disposition de l'ensemble des éléments nécessaires à la mesure. L'acquisition des données s'effectue par un programme spécifique à la machine PCADP, version 4.0.

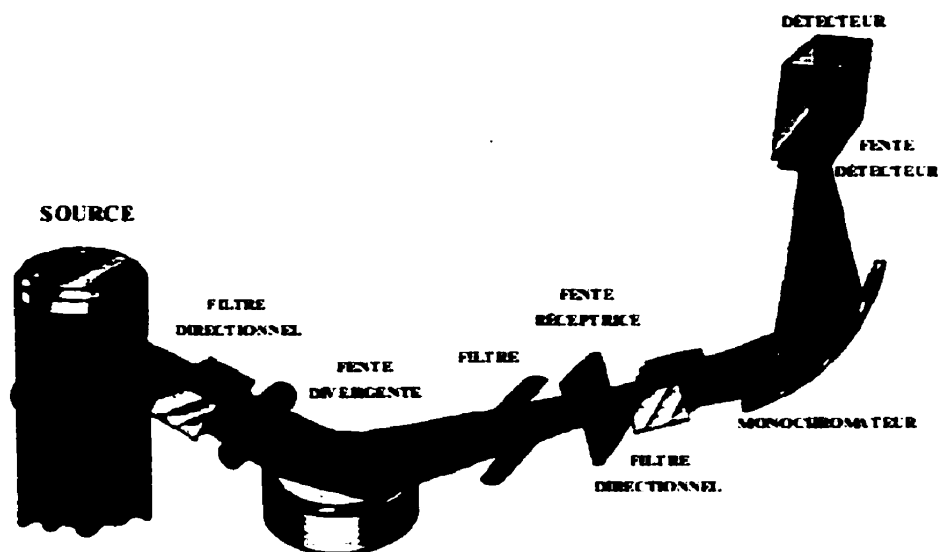


Figure 4-2 : Disposition des éléments du diffractomètre X'Pert.

Éléments et rôle des composants du diffractomètre X'Pert :

- La source délivre une radiation Cu-K_α sous 40 kV et 50 mA.
- Le filtre directionnel sélectionne les rayons X parallèles.
- La fente divergente limite la dimension du faisceau.
- Le filtre arrête les rayons parasites.
- La fente réceptrice affine le filtre des rayons parasites.
- Le filtre directionnel sélectionne les rayons parallèles à la diffraction.
- Le monochromateur sélectionne la radiation K_α .
- La fente du détecteur filtre les radiations.
- Le détecteur compte les radiations.

4.2.1.3 Mesure par diffraction des rayons-X

La mesure du spectre de diffraction avec le diffractomètre consiste à envoyer un faisceau de rayons X en balayant l'angle d'incidence sur la surface d'étude afin de mesurer l'intensité des rayons X réfléchis. Les plages angulaires et le pas de balayage sont définis par l'utilisateur. Le diagramme ainsi obtenu, appelé spectre de diffraction, représente l'intensité du faisceau réfléchi I en fonction de l'angle d'incidence 2θ .

Le système mécanique du diffractomètre permet à la source et au détecteur de pivoter simultanément autour de l'axe central pour faire un balayage de l'angle d'incidence 2θ sur l'échantillon. Toutes ces opérations sont automatisées et commandées par un ordinateur spécifique au diffractomètre. Pour respecter les conditions géométriques de réflexion, l'échantillon doit se positionner à la même hauteur que le centre de rotation source-détecteur. Un décalage en hauteur faussera les mesures en décalant les pics de réflexion du spectre de diffraction.

4.2.1.4 Application des rayons X sur les AMF

Un métal ou un alliage peut être considéré comme un ensemble de microcristaux tous désorientés, figés les uns aux autres. Il est donc possible de réaliser le spectre RX d'un tel échantillon. Ce spectre peut s'identifier comme étant "l'empreinte digitale" du cristal. Malheureusement, pour certains matériaux solides, un spectre peut présenter quelques raies de diffraction ou encore dans certains cas aucune ne sera visible. Ceci résulte du fait que l'orientation de la microstructure de l'alliage n'est plus aléatoire, mais bien définie. Cette orientation du cristal définit la texture du matériau qui résulte des divers traitements thermomécaniques de mise en forme.

Les alliages à mémoire de forme présentent deux structures cristallographiques distinctes, une phase austénitique B2 de type CsCl et une phase martensitique B19' basse température qui a une structure compacte. Otsuka [2] décrit la structure

monoclinique standard de la maille de la phase martensitique d'un cristal Ti-49.75 Ni dont les paramètres de maille sont $a=0.2889$ nm, $b=0.412$ nm, $c=0.4622$ nm et $\beta=96.86^\circ$ (Figure 4-3).

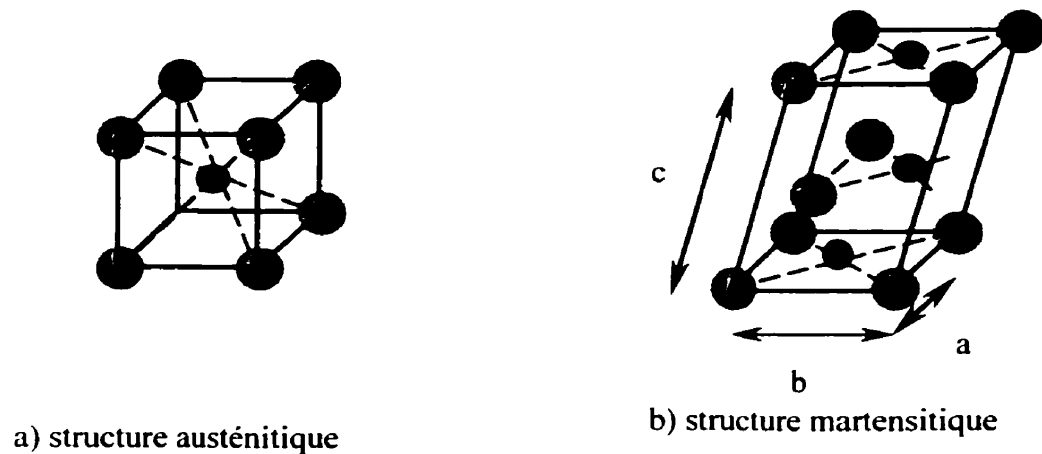


Figure 4-3 : Structure cristalline de l'alliage Ni-Ti, a) maille élémentaire de la phase austénitique: b) maille élémentaire de la phase martensitique.

Cette particularité cristallographique des AMF motive l'intérêt d'une analyse par rayons X sur ces matériaux, car elle permet d'identifier chacune des deux structures cristallines par leurs clichés de diffraction présentés à la Figure 4-4. Ces clichés ont été obtenus avec un alliage 49.9% Ni-Ti, le cliché de la phase martensitique est obtenu à température ambiante, celui de la phase austénitique à 100°C .

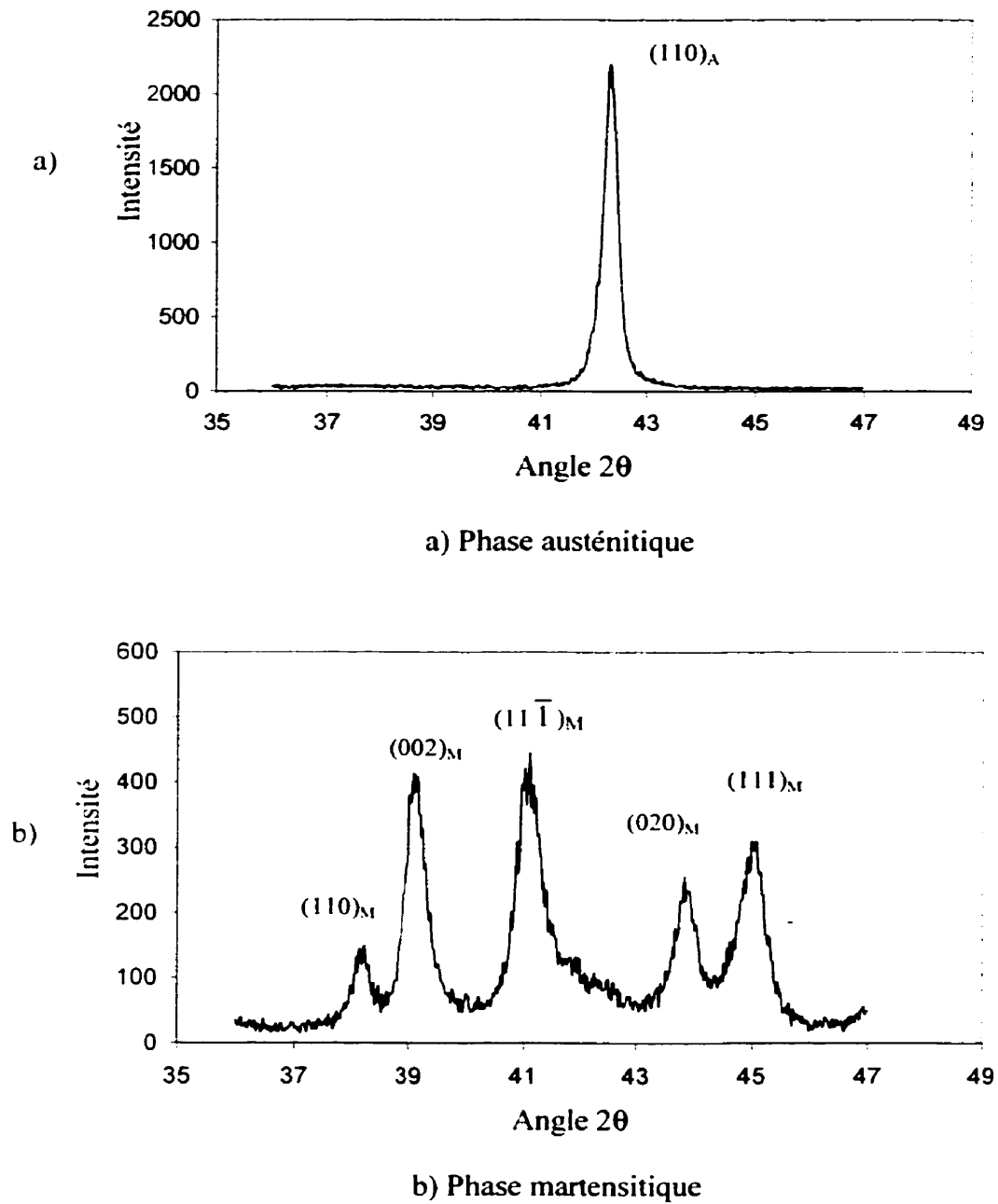


Figure 4-4 : Cliché de diffraction rayons X d'un alliage 49.9% Ni-Ti : a) phase austénite; b) phase martensite.

4.2.2 Banc de mesure dédié à l'analyse de la fatigue des AMF par rayons X

Sur la base des conditions de mesure de la diffraction R-X, nous avons conçu un système thermomécanique réalisant des cycles thermiques sur un AMF, sous une charge constante, qui permet d'analyser sa microstructure par diffraction des R-X.

4.2.2.1 Présentation du modèle

De façon similaire à la machine de fatigue présentée au chapitre 3, il s'agit ici de décrire les cycles superthermiques d'un AMF mais, cette fois-ci, par diffraction des rayons X. En effet, les cycles d'hystérésis se caractérisent maintenant non plus en terme de déformation en fonction de la température de transformation de phase, mais en terme de proportion de phase martensitique ou austénitique présente dans l'alliage à une température donnée.

Lorsqu'un AMF subit des cycles thermiques purs, on observe une croissance ou décroissance continue de plaquettes de martensite pour passer de l'état martensite pur (100%) jusqu'à l'absence de martensite (0%). Le chapitre 1 regroupe certains résultats de la littérature relatifs à ce type de sollicitation en décrivant les modifications microstructurales intervenant dans l'évolution des propriétés du matériau. Dans le cas d'une sollicitation thermique à charge constante, la composante mécanique liée à la charge ajoute d'autres mécanismes de modification de l'alliage. Les changements de phase dépendant de la variation de la température sont toujours observés, mais une fatigue mécanique des structures cristallographiques est aussi mise en évidence.

Spécification du banc de fatigue rayons X

- Les échantillons étudiés sont des rubans Ni-Ti aux dimensions identiques à ceux du banc de fatigue mécanique.
- La machine de fatigue doit travailler en traction uniaxiale seulement.
- La coaxialité entre la direction de chargement et le ruban doit être respectée.
- La surface du ruban analysé doit être toujours la même, malgré les variations de charge et de température.
- Le banc de fatigue doit s'intégrer dans l'enceinte du diffractomètre *Phillips X'Pert* en respectant les procédures de mesure.
- Le chauffage et le refroidissement de l'alliage doivent permettre de traverser les plages de températures de changement de phase. Les températures minimale et maximale ont été évaluées à 25°C et 100°C. Le chauffage de l'échantillon se fera par effet Joule.
- La température de l'échantillon devra rester constante lors des mesures.
- La durée d'un cycle thermique doit être minimale, notamment en favorisant le refroidissement de l'alliage.

Restriction du banc de mesure rayons X

La restriction majeure pour la conception du banc de fatigue rayons X provient de l'espace disponible dans l'enceinte du diffractomètre qui limite le dimensionnement du banc de fatigue. Cet espace devra contenir la machine de fatigue tout en prévoyant d'une part des réglages de positionnement de l'échantillon, et d'autre part les déplacements occasionnés par les cycles thermomécaniques.

4.2.2.2 Conception du banc de fatigue rayons X

Suite à toutes ces spécifications fonctionnelles, le banc de fatigue rayons X a pu être élaboré, puis réalisé. La Figure 4-5 présente la conception générale du banc de fatigue

rayons X en configuration de charge constante. Il comprends trois ensembles principaux :

- Une plaque d'appui posée sur la base du diffractomètre, sur laquelle est vissé un axe rigide.
- Un boîtier accueillant la cellule à effet Peltier maintenu sur l'axe rigide et guidé par une crémaillère. Deux poulies sont disposées sur les bords supérieurs du boîtier, deux arrondis sur les bords inférieurs.
- Une corde reliant les extrémités de l'échantillon se positionne sur les poulies pour placer le ruban en contact avec le rail posé sur la cellule à effet Peltier. Le plateau de chargement se fixe au milieu de la corde, sous le boîtier, et assure ainsi un chargement symétrique de l'échantillon.

Le rail remplit deux fonctions. Il permet de surélever le ruban par rapport à la cellule afin de laisser suffisamment d'espace aux attaches du ruban avec le fil, mais de plus, il guide le mouvement du ruban lors de ses déformations en le maintenant au niveau de l'axe de rotation source-détecteur du diffractomètre (Figure 4-6).

La cellule Peltier de type CP-2046 fabriquée par *TE-Technology* a été choisie pour sa température minimale -20°C et maximale $+120^{\circ}\text{C}$, mesurées par le fabricant à une température ambiante de 25°C

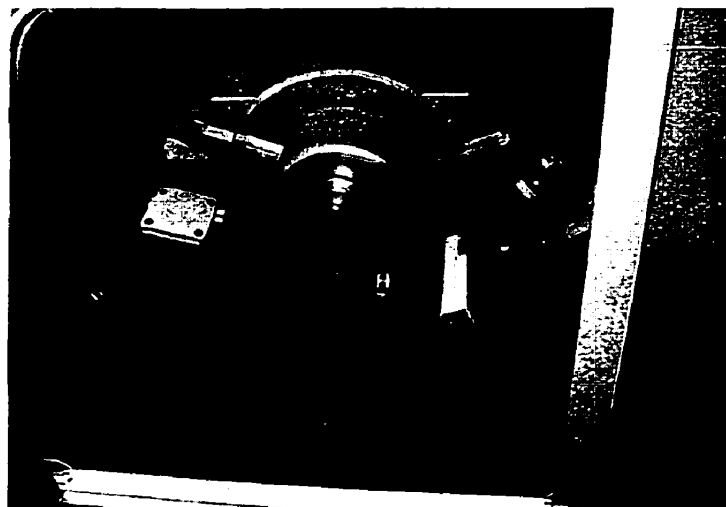
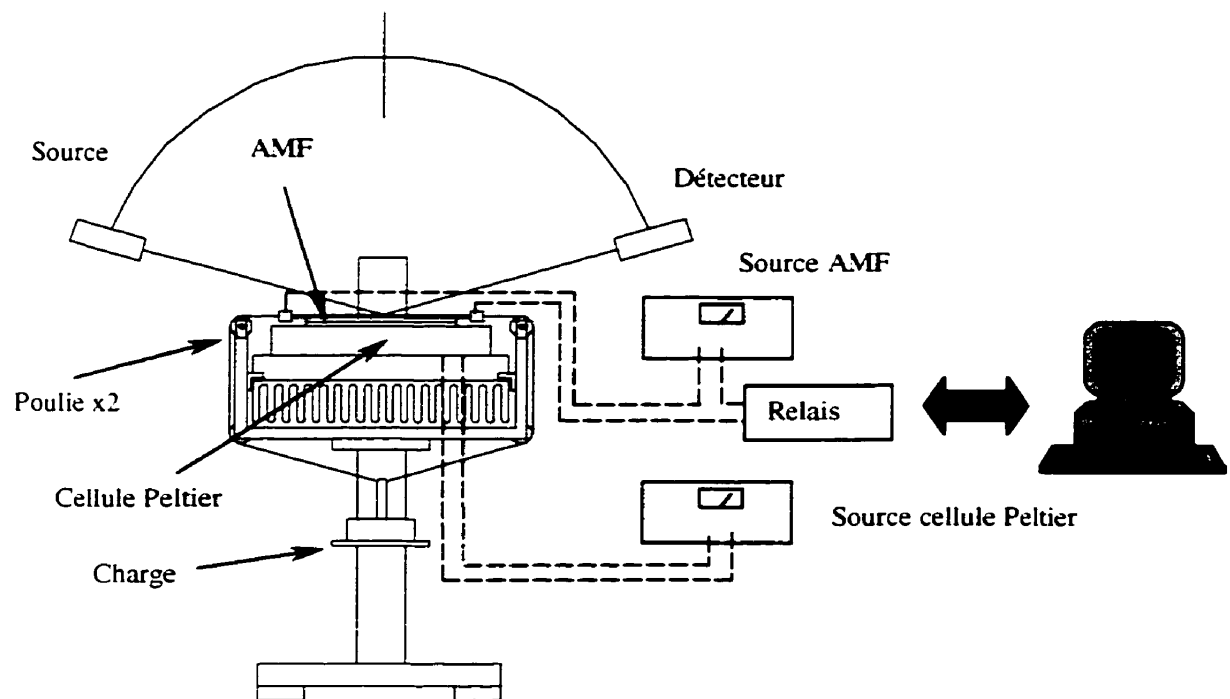


Figure 4-5 : Dessin général et photographie du banc de fatigue rayons X.

Relation entre charge appliquée et contrainte sur l'AMF

Le mode de chargement symétrique permet d'inspecter toujours la même zone de l'échantillon. La masse placée sur le plateau met en tension la corde qui en roulant sur les poulies applique la contrainte sur l'AMF. La contrainte appliquée sur le ruban en fonction de la charge appliquée sur le plateau est alors donnée par la relation

$$T = \cos\theta \frac{F}{2}$$

où T est la tension appliquée sur le ruban. F la charge de la masse et θ l'angle entre la corde en tension et la verticale. L'angle θ mesuré sur le banc de mesure est de 20° , ce qui donne un coefficient correctif pour la contrainte appliquée à l'AMF en fonction de la charge de 0.94.

4.2.2.3 Montage général du banc de fatigue RX

La Figure 4-5 illustre le montage général du banc de fatigue rayons X. Les éléments utilisés sont les suivantes :

- Une cellule à effet Peltier de type CP-2046 ($T_{\max} 120^\circ\text{C}$ - $T_{\min} -20^\circ\text{C}$) distribuée par *TE-Technology* est utilisée pour refroidir l'échantillon.
- Un générateur *Hewlett Packard* 6282A DC 0-10V 0-10A alimente la cellule à effet Peltier.
- Un générateur *TENMA* délivrant un courant maximum de 40A pour le chauffage de l'échantillon.
- Un relais de puissance à mercure *Elkhart* commande les cycles thermiques.
- Un potentiomètre *Jacobi* à plaquettes de graphite 0.4 / 4 RH-1000 W placé en série avec l'échantillon sert de résistance pour éviter les courts circuits.

- Ordinateur PC486 associé au système d'acquisition et de lecture de température pour l'asservissement des cycles de températures.

4.2.2.4 Cyclage thermique de l'AMF

Le banc de fatigue rayons X permet de cycliser thermiquement l'alliage sous une charge constante tout en maintenant une température constante durant l'opération de mesure rayons X (temps de mesure 15 min. dépendant des conditions de mesure décidées par l'opérateur).

Le problème majeur rencontré dans cette manipulation concerne le chauffage de l'échantillon qui doit être compatible avec un système de refroidissement rapide pour diminuer la durée des cycles thermiques. Donner à une cellule à effet Peltier le rôle d'élément chauffant et de refroidissement n'est pas satisfaisant car, malheureusement, la lenteur des cycles thermiques de la cellule (plusieurs minutes) la rend inefficace pour cette application.

Finalement, la cellule est maintenue à sa température minimale pour refroidir le rail et ainsi créer un puits thermique sur le ruban pour le refroidir rapidement. Le chauffage de l'échantillon s'effectue par effet Joule avec un courant de 14 A suffisant pour mener l'échantillon à 100°C.

Pour le banc de fatigue rayons X, les cycles thermiques sont commandés par le même système d'acquisition développé pour le banc de fatigue mécanique et utilise les mêmes instruments de mesure. La gestion est effectuée à partir de la température lue sur l'échantillon et du programme *Labview*, éléments décrits au chapitre 3.

4.2.2.5 Préparation pour la mesure rayons X

a) Préparation de l'échantillon

Un échantillon de 10 cm de Ni-Ti est découpé à partir du ruban caractérisé au chapitre 3, recuit à 550°C pendant une heure suivi d'une trempe. Ce traitement thermique, nécessaire pour diminuer les contraintes internes, oxyde la surface du ruban. Cette couche d'oxyde, si faible soit elle, perturbe la mesure en introduisant des composés diffractant qui se retrouvent sur le cliché de diffraction à travers des pics indépendants de ceux relatifs à la structure propre à l'AMF. Pour le désoxyder, l'alliage est poli tout d'abord mécaniquement avec un papier 600, puis par une attaque chimique de 3 à 4 secondes dans la solution de composition 10% HF-30% HNO₃-60% H₂O₂.

Les extrémités du ruban sont rivetées aux extrémités d'une corde par deux cosses électriques, formant ainsi une boucle (Figure 4-6).



Figure 4-6 : Mise en position de l'échantillon sur le banc de mesure pour les mesures de diffraction des rayons X.

b) Réglage du banc pour une mesure rayons X

Les paramètres de mesure pour la diffraction sont la hauteur de l'échantillon, qui doit nécessairement se situer au niveau de l'axe de rotation source-détecteur, et l'horizontalité de la surface d'étude. Un décalage, si faible soit-il, faussera la mesure en décalant les coordonnées angulaires des pics de diffraction. À cet effet, plusieurs réglages ont été envisagés sur le banc de fatigue.

- Horizontalité de la cellule Peltier : les vis situées aux coins de la base inférieure du banc de fatigue permettent de mettre la surface de la cellule à effet Peltier à l'horizontal, et par de ce fait aussi le rail sur lequel l'échantillon vient se mettre en appui. Le rail devient alors une surface de référence pour l'échantillon.
- Position du ruban sur le rail : pour réaliser l'horizontalité, la position du ruban sur le rail s'ajuste en fixant la hauteur des supports des poulies par rapport au boîtier.
- Hauteur de la surface d'étude : une crémaillère sur l'axe rigide ajuste la hauteur de la surface de l'échantillon. La hauteur est repérée par rapport à la position de référence du diffractomètre correspondant au centre de rotation de la source de radiation et du détecteur.

4.3 Résultats

4.3.1 Mode opératoire

Les clichés de diffraction concernent les phases austénitique et martensitique de l'AMF. Les températures de mesure pour chaque phase sont 10°C pour la phase martensitique et 100°C pour la phase austénitique. La charge appliquée sur les échantillons est de 51.7 MPa. Les mesures concernent les 150 premiers cycles thermiques. Chaque spectre de diffraction est obtenu par un balayage de l'angle 2θ entre 37 et 46° correspondant à la zone définissant les pics caractéristiques des deux phases. On observe ainsi les évolutions des différents pics caractéristiques des deux phases en fonction des cycles thermiques.

Paramètres de mesure du diffractomètre :

- grille divergente 1°
- masque 10 mm
- compteur grille 1°
- grille réceptrice 0.5mm

4.3.2 Présentation des clichés de diffraction

Les clichés de diffraction des phases austénite et martensite en fonction du nombre de cycles thermiques sont présentés respectivement sur les Figure 4-7 et Figure 4-8. Le nombre de cycles correspondant à chaque mesure est indiqué sur chaque cliché. Le cycle de martensite noté 0 correspond à l'état initial martensitique sous un chargement de 51.7 MPa avant le premier cycle thermique.

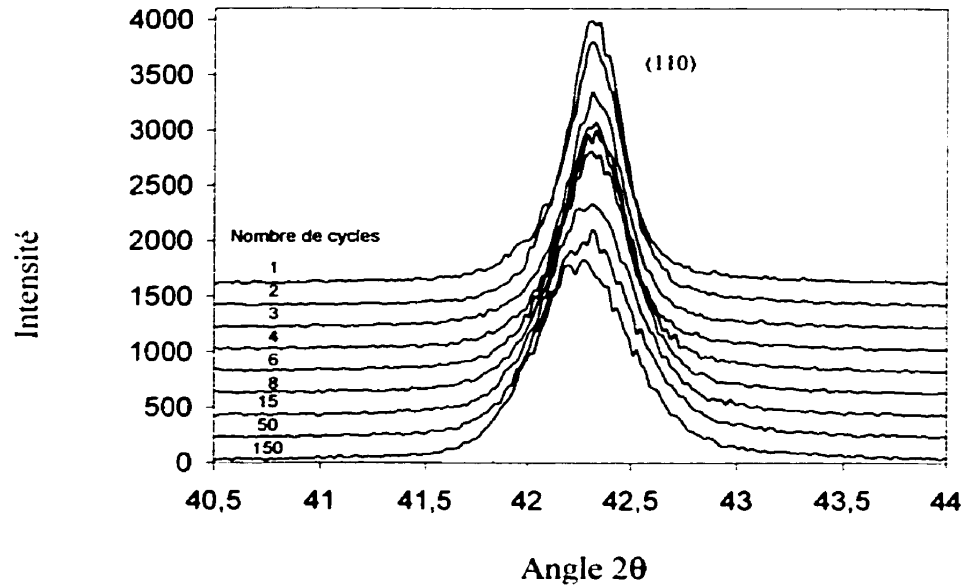


Figure 4-7 : Spectres de diffraction des rayons X de la phase austénite (A) mesurés à 100°C pour différents cycles thermiques (contrainte appliquée 52 MPa).

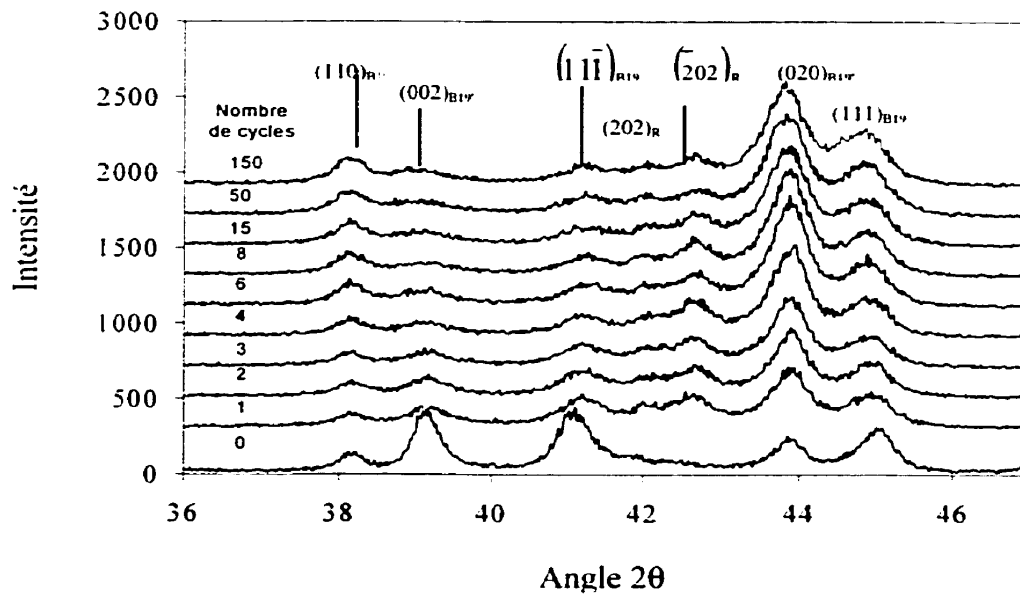


Figure 4-8 : Spectres de diffraction des rayons X de la phase martensitique (M) mesurés à 10°C pour différents cycles thermiques (contrainte appliquée 51.7 MPa).

4.3.3 Paramètres caractérisant les clichés de diffraction

Chaque cliché de diffraction se caractérise par des paramètres particuliers qui décrivent chaque pic de diffraction relatif aux différents plans $\{hkl\}$. Ces paramètres, qui caractérisent la structure interne du matériau, sont analysés en suivant les procédures particulières.

- a) Les largeurs des raies B_{110}^{B2} et $B_{020}^{B19'}$ relatives aux plans (110) de la phase austénite et (020) de la phase martensite sont mesurées à la moitié de la hauteur des pics par rapport à leur base. (Les mesures relatives à la martensite demandent un soin particulier car les bases de certains pics R-X se superposent). Ces paramètres permettent d'évaluer la densité de dislocations et les contraintes internes dans le matériau.
- b) Les intensités des pics R-X I_{hkl}^{B2} et $I_{hkl}^{B19'}$ des phases martensitique et austénitique sont mesurées entre le sommet du pic et sa base. Ce paramètre évalue la fraction volumique de martensite et d'austénite transformée dans le matériau.
- c) Les coordonnées angulaires $2\theta_{hkl}^{B2}$, $2\theta_{hkl}^R$ et $2\theta_{hkl}^{B19'}$ des pics d'austénite, de la phase R et de la martensite, et correspondent à la distance interplanaire - d_{hkl} - calculée avec l'équation

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta_{hkl}}$$

où λ est la longueur d'onde de la source.

4.3.4 Analyse des clichés de diffraction

Les clichés de diffraction présentés aux Figure 4-7 et Figure 4-8 révèlent certaines modifications de la microstructure des phases austénite et martensite au cours du cyclage thermique. La description des évolutions des paramètres caractérisant les clichés de diffraction est nécessaire pour la compréhension des phénomènes mis en jeu lors de cycles thermomécaniques pour chacune des deux phases.

4.3.4.1 Évolution de la phase austénite

L'évolution des contraintes internes lors des cycles thermomécaniques de la phase austénitique se caractérisent par le paramètre B_{110}^{B2} présenté en fonction du nombre de cycles à la Figure 4-9. Son évolution se décrit par une augmentation graduelle du 1^{er} au 50^{ième} cycle pour ensuite se stabiliser jusqu'au 150^{ième} cycle. L'évolution inverse s'observe pour son intensité I_{110}^{B2} qui diminue brutalement lors des 6 premiers cycles, pour ensuite diminuer graduellement. En revanche, sa coordonnée angulaire $2\theta_{hkl}^{B2}$ reste stable jusqu'au 15^{ième} cycle pour diminuer de 0.05° au 150^{ième} cycle.

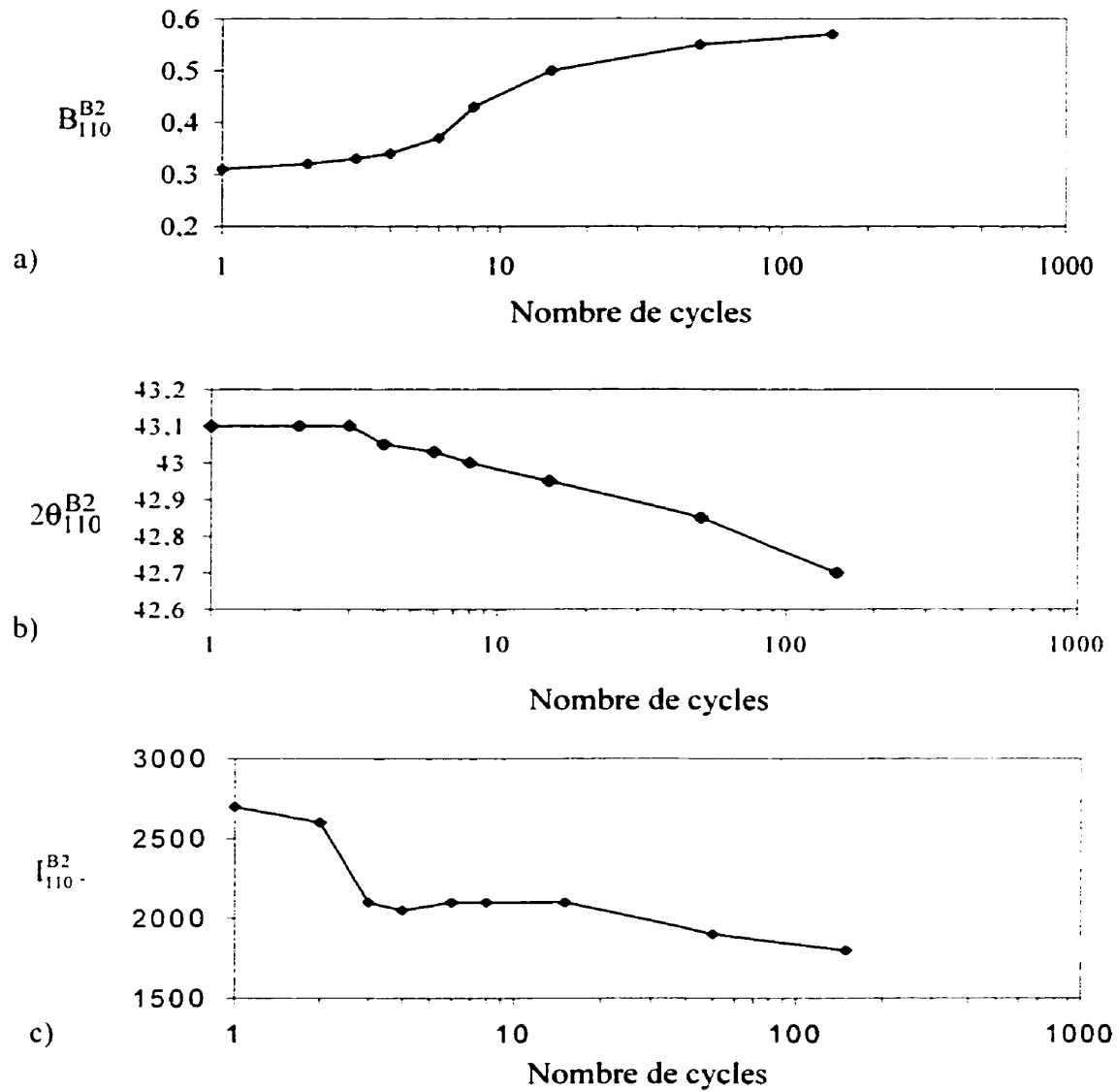


Figure 4-9 : Évolution de a) B_{110}^{B2} , b) $2\theta_{110}^{B2}$ et c) I_{110}^{B2} en fonctions du nombre de cycles thermomécaniques.

4.3.4.2 Évolution de la phase martensite et de la phase R

L'évolution de la phase martensitique est plus complexe que celle de la phase austénitique. Une première observation montre de grandes modifications dans l'ensemble des paramètres après le premier cycle de chauffage, où la microstructure subit des modifications brutales, phénomène que l'on observe pas avec la phase austénite.

La largeur du pic $B_{020}^{B19'}$ relative au plan (020) de la martensite augmente dès le 1^{er} cycle avec approximativement la même pente que celle observée avec B_{110}^{B2} pour se stabiliser au 50^{ème} cycle (Figure 4-10).

Les évolutions des coordonnées angulaires $2\theta_{hkl}^{B19'}$ présentées à la Figure 4-12 montrent que les angles du cycle initial (noté 0 sur la Figure 4-8) diffèrent fortement des autres cycles qui eux restent constants.

Les intensités relatives des pics correspondant à la phase B19' changent graduellement après le 1^{er} cycle. L'intensité du pic relative au plan (020)_{B19'} augmente graduellement, alors que parallèlement celles des plans (002)_{B19'} et $(1\bar{1}\bar{1})_{B19'}$ diminuent avec les cycles (Figure 4-11).

Durant les cycles thermiques, la coordonnée angulaire $2\theta_{hkl}^{B19'}$ évolue vers des angles plus faibles, excepté pour le pic $(1\bar{1}\bar{1})_{B19'}$ se stabilise après le 1^{er} cycle (Figure 4-12).

Une petite quantité de phase R se retrouve dans la phase B19' à l'état initial (cycle 0). Elle est identifiée par la présence des pics (202)_R et $(\bar{2}02)_R$ de la Figure 4-8. Après le 1^{er} cycle, la quantité de phase R diminue lentement pour se stabiliser. Une évolution identique s'observe pour les coordonnées angulaires $2\theta_{hkl}^R$ où les coordonnées $2\theta_{202}^R$ et

$2\theta_{202}^R$ augmentent brutalement après le 1^{er} cycle pour diminuer progressivement jusqu'au 150^{ème} cycle (Figure 4-12).

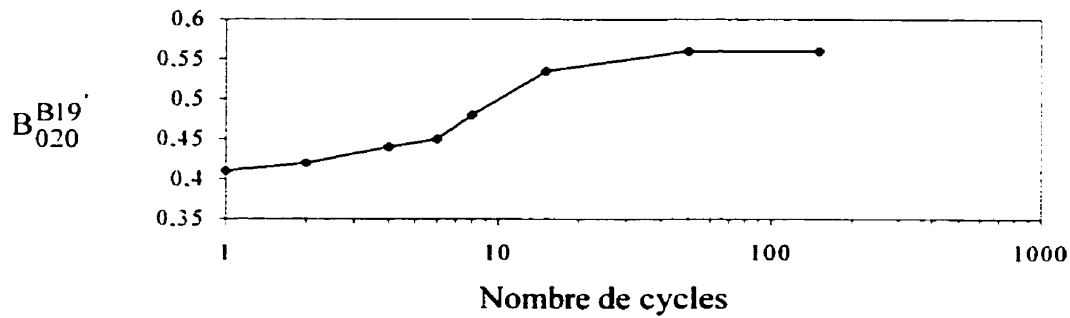


Figure 4-10 : Évolution de B_{020}^{B19} en fonction du nombre de cycles thermomécaniques.

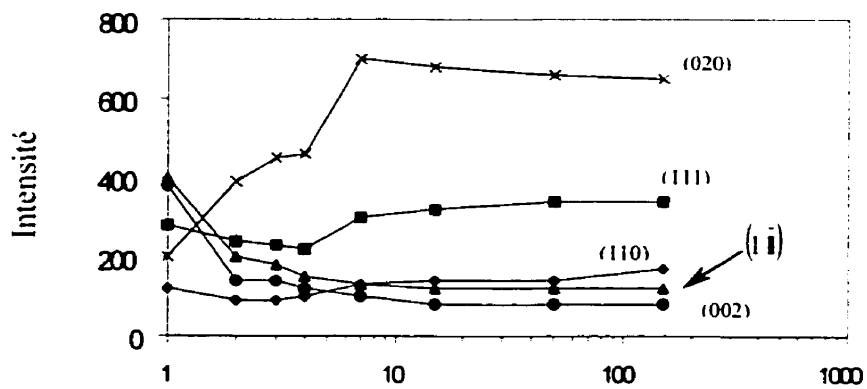


Figure 4-11 : Évolution des intensités I_{hkl}^{B19} en fonction du nombre de cycles

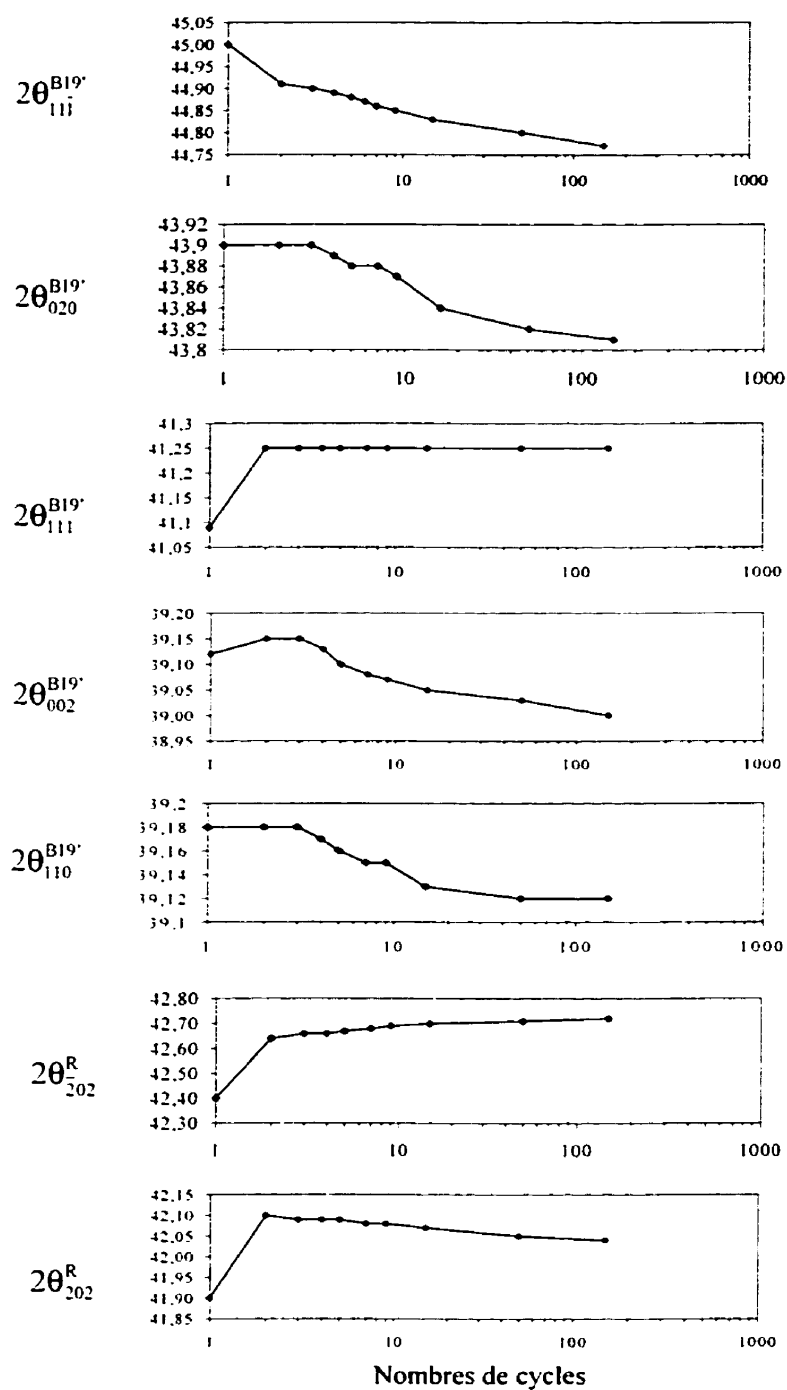


Figure 4-12 : Évolution des coordonnées angulaires $2\theta^{B19'}$ et $2\theta^{B19'}$ en fonction du nombre de cycles thermomécaniques.

Chapitre 5 Discussion

Les chapitres précédents présentent deux procédures qui caractérisent le comportement en fatigue de l'AMF Ni-Ti. Ces techniques expérimentales complémentaires, associent l'observation des propriétés macroscopiques du comportement de l'alliage (référence chapitre 3) à une analyse microstructurale par diffraction des rayons X (référence chapitre 4). Les résultats, obtenus par ces deux études, mettent en évidence d'importantes modifications microstructurales du matériau lors du cyclage thermique à charge constante. Ces évolutions de la structure, observées par diffraction des rayons X, se reflètent sur les propriétés caractéristiques de l'alliage : températures de transformation de phase et effet mémoire.

Cette partie regroupe l'ensemble des résultats présentés dans les chapitres précédents pour aboutir à une description des mécanismes microstructuraux mis en jeu lors d'une sollicitation cyclique thermique à charge constante.

La caractérisation de l'alliage 49,9 Ni-Ti faite au chapitre 2 révèle l'importance du traitement thermique sur les AMF pour qu'ils puissent développer leur propriétés remarquables. Les effets du traitement thermique ont été observés à travers la dureté et la chaleur latente de transformation de l'alliage en fonction de la température du recuit. La combinaison de ces deux mesures a permis de développer une procédure expérimentale qui détermine la température de traitement thermique optimale d'un AMF. La température de 550°C, ainsi identifiée par ces critères, est devenue température de référence, mais reste à être validée par l'observation du comportement de l'alliage.

5.1 Effets des cycles thermiques à contrainte constante

Plusieurs auteurs ont traité l'effet des cycles thermiques purs sur la microstructure de l'AMF. Nous verrons que des effets semblables vont agir sur le comportement de l'alliage soumis à des cycles thermiques à charge constante. Cependant, la composante mécanique de la sollicitation va affecter les deux phases en les déformant graduellement tout au long du cyclage par différents mécanismes microstructuraux. La synthèse des résultats obtenus précédemment va permettre de guider l'analyse pour identifier et décrire ces mécanismes.

5.1.1 Caractérisation des effets du cyclage sur l'AMF

Les modifications microstructurales de l'alliage, dues aux cycles de fatigue, sont décrites ici sur la base d'un échantillon cyclé sur la machine de fatigue à travers l'évolution de sa déformation réversible $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles thermiques (Figure 5-1). L'échantillon choisi ici a subi le traitement thermique à la température optimale identifiée au chapitre 2, soit 550°C pendant une heure suivi d'une trempe.

Les variations de $\Delta\epsilon$, définies par $\Delta\epsilon = \epsilon_M - \epsilon_A$, dépendent des évolutions combinées des phases martensitique et austénitique. Lors du cyclage thermique à contrainte constante, les déformations des deux phases augmentent graduellement mais cela se produit à des amplitudes et des étendues propres à chacune d'elle. Le diagramme $\Delta\epsilon$ reflète les différentes évolutions des déformations des deux phases.

Comme le montre la

Figure 5-1, la courbe d'évolutions de $\Delta\epsilon$ se compose de deux parties distinctes. La première concerne les premiers cycles où l'on observe une augmentation rapide de $\Delta\epsilon$ pour atteindre son maximum au 10^{ième} cycle. Cette augmentation est suivie d'une période caractérisée par une diminution progressive puis d'une stabilisation observée au

bout de 2000 cycles. L'évolution de $\Delta\epsilon$ correspond à des modifications microstructurales identifiées par rayons X sur les deux phases. En effet, l'interprétation des clichés de diffraction révèle que la période de croissance de l'effet mémoire s'associe au mécanisme d'orientation des variantes de martensite associé au réarrangement des dislocations résiduelles induites par la mise en forme de l'alliage, suivie d'une période où le matériau accumule des contraintes internes induites par transformation de phase qui caractérise la période de stabilisation.

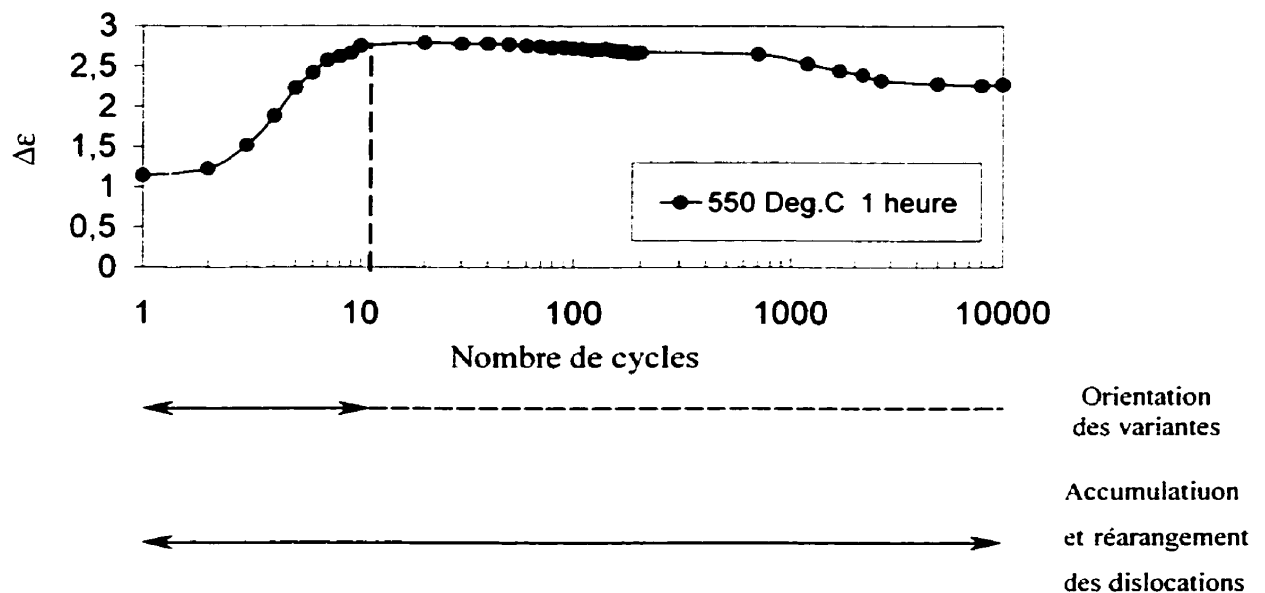


Figure 5-1 : Effet mémoire $\Delta\epsilon$ en fonction du nombres de cycles thermiques sous la contrainte constante 5 MPa (température de traitement thermique : 550°C pendant une heure suivi d'une trempe).

5.1.2 Modification de la phase austénite

Présentée à la Figure 3-16, l'augmentation de la déformation ϵ_A de la phase austénite est continue lors du cyclage thermomécanique. Cet effet est dû au réarrangement des dislocations générées par la mise en forme ainsi qu'à l'accumulation de nouvelles dislocations introduites par les cycles thermiques. Ces phénomènes ont pour effet

d'accentuer la déformation lors des premiers cycles. L'analyse des évolutions des paramètres liés aux clichés de diffraction en fonction du nombre de cycles caractérisant ce phénomène, permet de décrire qualitativement ces modifications. Ces paramètres sont la largeur du pic B_{110}^{B2} ainsi que sa coordonnée angulaire $2\theta_{110}^{B2}$ caractérisant le pic de diffraction relatif au plan $(110)_{B2}$ de la phase austénite.

L'augmentation de B_{110}^{B2} , lors des 50 premiers cycles, illustre la croissance de la densité de dislocations durant les cycles thermomécaniques (Figure 4-9). Ce phénomène, appelé écrouissage induit thermiquement, s'observe également lorsque l'alliage subit des cycles thermiques purs. Dans ce cas, la formation répétée de martensite induite thermiquement conduit à des modifications microstructurales qui se caractérisent par un durcissement structural de l'alliage. Cet effet peut s'avérer néfaste, car trop de contraintes internes dans la structure du matériau peuvent rendre difficile les mécanismes microstructuraux nécessaires à la transformation martensitique. Cet effet s'est révélé sur l'évolution de la chaleur latente de transformation de phase qui augmente pour des structures relaxées par des hautes températures de traitement thermique. Ce phénomène est associé à la diminution de ses propriétés mécaniques (voir chapitre 2). Nous verrons plus tard, par l'étude des évolutions des températures de transformation, l'effet de la charge qui malgré l'accumulation des dislocations favorise la transformation martensitique en les réarrangeant.

L'effet de la composante mécanique de la sollicitation se reflète sur la coordonnée angulaire $2\theta_{110}^{B2}$ du pic (110) . Son évolution est plus progressive en restant constante lors des 15 premiers cycles pour ensuite diminuer de 0.05° au 150^{ème} cycles (Figure 4-10). Ce phénomène reflète les augmentations des distances interplanaires d_{110}^{B2} entre les plans parallèles à ces surfaces, conséquence des contraintes résiduelles accumulées lors des cycles thermomécaniques.

La description de la déformation de la phase austénitique par l'accumulation de contraintes internes ressemble à celle des matériaux plus usuels lors des essais de fluage. Cependant, elle est accélérée par l'introduction de défauts cristallins introduits par les mécanismes répétés de changement de phase qui favorisent la formations de dislocation.

5.1.3 Modifications de la phase martensitique

Les mécanismes de déformation de la phase martensitique, lors du cyclage thermomécanique, sont plus complexes que ceux observés pour l'austénite. Si les analyses macroscopiques et microscopiques rayons X décrivent l'évolution de la phase austénite comme continue, celle de la martensite doit alors être nécessairement à l'origine de l'augmentation brutale de $\Delta\epsilon$ lors des premiers cycles.

Les modifications microstructurales brutales de la phase martensite lors des premiers cycles sont mises en évidence par les rayons X. Elles semblent être à l'origine de l'augmentation de la déformation de la phase martensite ϵ_M qui comme la phase austénite reste graduelle mais cependant plus prononcée lors des premiers cycles. Ce phénomène peut être associé à trois mécanismes. Le premier concerne le réarrangement des dislocations résiduelles induites par la mise en forme de l'alliage. Le second correspond à l'accumulation de nouvelles dislocations occasionnées par la transformation induite thermiquement (mécanismes identiques à celui produit dans la phase austénitique). Le troisième est identifié comme étant relatif à la réorientation des variantes de martensite dans la direction de chargement. Nous pouvons supposer que ces trois phénomènes se superposent tout au long du cyclage, mais leur influence sur la déformation du matériau évolue.

5.1.3.1 Orientation de la martensite

La transformation martensitique possède la propriété d'associer un changement de forme au changement de structure. Ce phénomène est provoqué par une déformation par cisaillement le long de son plan d'habitat appelé déformation à plan invariant. Même si la phase mère est monocristalline, la transformation de phase produira un certain nombre de domaines martensitiques possédant chacun des indices de plan d'habitat différents et qui apparaîtront répartis dans l'échantillon. Ces domaines martensitiques d'indices de plans d'habitat différents sont appelés variantes ou plaquettes de martensite [2].

Généralement, lorsqu'un cristal d'austénite est refroidi en dessous de la température M_s , il peut se former 24 variantes de martensite. Cependant quand la transformation est induite thermiquement avec une contrainte, on observe la formation préférentielle de certaines variantes [2]. Ceci s'explique en considérant la transformation martensitique analogue à un pseudo-cisaillement. Les efforts externes agissent quant à eux de façon à favoriser cette déformation.

Dans le cas d'un monocristal, le facteur de Schmidt associe la contrainte appliquée σ au cisaillement τ du cristal le long de son plan d'habitat par la relation

$$\tau = \sigma \cos \chi \cos \lambda$$

où χ désigne l'angle entre l'axe de l'échantillon et la normale au plan d'habitat, et λ l'angle entre la direction de glissement du cristal avec l'axe de traction. La valeur maximale du facteur de Schmidt est 0,5. Ainsi, la contrainte de cisaillement critique τ_c est atteinte par la variante de martensite qui aura le plus grand facteur de Schmidt en provoquant la formation de cette variante. L'orientation des variantes va dépendre du facteur de Schmidt, en favorisant les variantes parmi les 24 celle qui ont le facteur le plus grand.

Ce mécanisme d'orientation s'observe également lorsque la martensite est induite thermiquement sous une charge constante, où lors de la transformation $B2 \rightarrow M$ du refroidissement, les variantes vont s'orienter dans la direction de chargement [30]. Ce mécanisme, associé au comportement en fatigue face à ce type de sollicitation, est à la base du processus d'éducation de l'effet mémoire double sens (EMDS).

La déformation, due au mouvement des interfaces entre celles-ci, est prépondérante pour la déformation de la martensite observée lors des premiers cycles [28, 29, 30]. Cette déformation, à l'opposé de celle liée au changement de phase, n'est provoquée que par l'application d'une contrainte appliquée au matériau. Ce mécanisme peut se représenter à partir de l'état martensitique autoaccommodant représenté par deux variantes de même fraction volumique $f_1=f_2=1/2$ (Figure 5-2). L'application d'une contrainte orientée dans le sens de cisaillement de la variante 1 déplace l'interface entre 1 et 2 vers 2 en modifiant la fraction volumique des deux variantes. De cette orientation, il en résulte une croissance de variantes orientées au détriment des autres.

Dans ce cas, la déformation qui en résulte est égale à [2]

$$\Delta \epsilon_M = (f^1 + \Delta f^1) R^1 g + (f^2 + \Delta f^2) R^2 g - (g R^1 f^1 + g R^2 f^2)$$

$$\text{soit } \Delta \epsilon_M = \Delta f^1 R^1 g + \Delta f^2 R^2 g$$

où R est appelé tenseur d'orientation de la variante, il oriente dans l'espace la direction de glissement g .

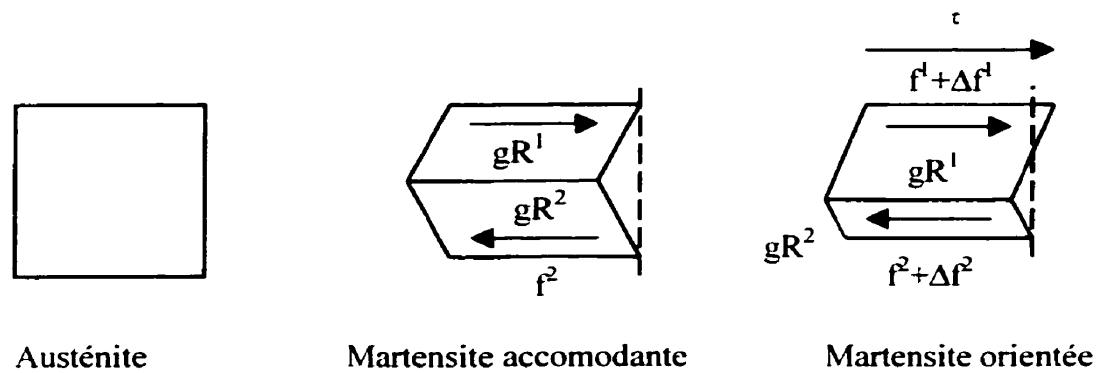


Figure 5-2 : Déformation par mouvement de l'interface entre deux variantes.

Le mécanisme d'orientation des variantes de martensite est mis en évidence par l'analyse rayons X à travers les évolutions des intensités des pics de diffraction observés à la Figure 4-8. C'est entre l'état initial et le premier cycle que le mécanisme d'orientation est le plus significatif en observant une augmentation brutale de 1.2% de la déformation de la phase martensite. Ce phénomène est illustré par la diminution brutale des intensités $I_{002}^{B19'}$ et $I_{111}^{B19'}$ des pics de diffraction des plans $(002)_{B19'}$ et $(111)_{B19'}$. Parallèlement, l'intensité $I_{020}^{B19'}$ augmente rapidement après le premier cycle et se stabilise vers le 15^{ème} cycle (Figure 4-9).

Cette orientation fait apparaître après le premier cycle une faible quantité de phase R, révélée par la diffraction des plans $(202)_R$ et $(\bar{2}02)_R$ (Figure 4-8). Après le premier cycle, la quantité de phase R augmente légèrement puis se stabilise.

5.1.3.2 Stabilisation de la martensite

Après la phase d'orientation des variantes, la déformation de la martensite reste continue avec les cycles thermomécaniques. L'augmentation de la déformation, plus faible que lors de la phase d'orientation, s'identifie à l'évolution de la déformation de l'austénite. Cette deuxième période d'évolution de la martensite correspond à l'état stable de $\Delta\epsilon$.

Après 10 cycles thermomécaniques, les mécanismes à la base des déformations, observés dans la phase austénitique, s'observent également sur la martensite. L'accumulation progressive des dislocations induites par les cycles thermiques, inhérentes aux deux phases, fait croître simultanément ϵ_M et ϵ_A . Cet effet se décrit par les paramètres caractérisant chacune des phases $B_{020}^{B19'}$ et B_{110}^{B2} qui présentent des évolutions en fonction du nombre de cycles thermomécaniques semblables (Figure 4-9 et Figure 4-11).

Les changements de $2\theta_{020}^{B19'}$ et $2\theta_{110}^{B19'}$ après le premier cycle, illustrent la différence entre les paramètres de réseau de la phase martensitique réorientée avec la phase martensitique induite par la transformation martensite-austénite. Ce phénomène est la conséquence de l'effet de la charge qui agit sur le réseau cristallin qui contribue à l'augmentation de ϵ_M .

5.2 Effet du traitement thermique sur le comportement de l'alliage

La Figure 5-3 regroupe les résultats décrivant les évolutions de $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles et de la température de traitement thermique. Ces courbes mettent en évidence l'importance de l'état microstructural initial de l'alliage qui conditionne l'évolution des phases martensitique et austénitique lors des premiers cycles thermiques. En effet, les plus grandes disparités de comportements relatifs aux trois recuits s'observent lors des 300 premiers cycles, pour ensuite converger vers un état stable (état stable au regard de l'effet mémoire $\Delta\epsilon$).

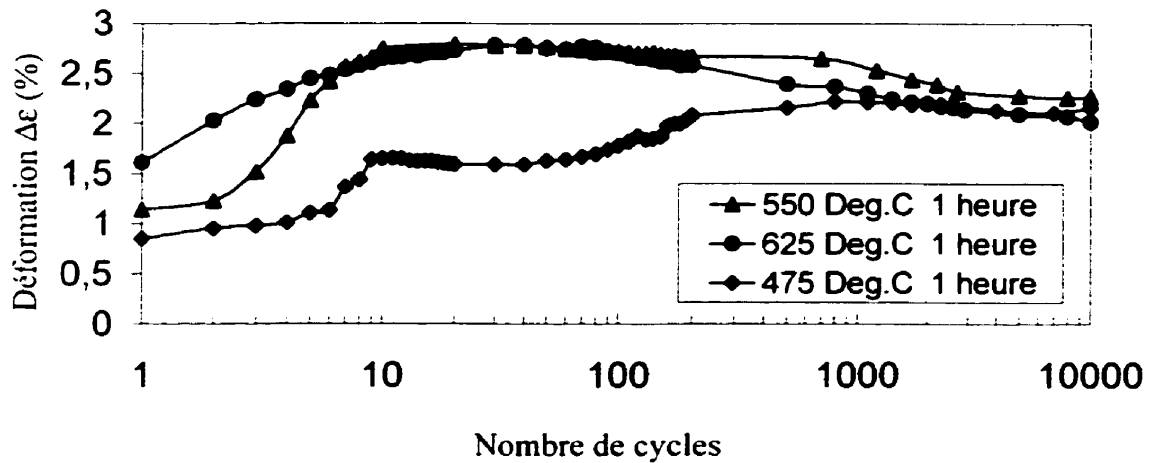


Figure 5-3 : Représentation de $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles et de la température de traitement thermique.

L'état initial, caractérisé par les mesures de dureté et de chaleur latente de transformation (référence chapitre 2), évalue la relaxation du matériau de ses contraintes internes introduites par l'écrouissage de mise en forme de l'alliage. Comme nous l'avons décrit, les hautes températures de recuit restaurent plus efficacement l'alliage en diminuant sa limite élastique et en augmentant l'allongement à la rupture. Ces modifications microstructurales se retrouvent naturellement sur le comportement thermomécanique de l'alliage.

Les effets du traitement thermique se reflètent sur les évolutions des déformations ϵ_A et ϵ_M et ce dès les premiers cycles thermiques. Cependant, leurs contributions semblent moindres dans la phase austénitique comparativement aux déformations occasionnées par l'orientation des variantes de martensite. La diversité des comportements de $\Delta\epsilon$ observés avant les 300 premiers cycles thermomécaniques avec les trois recuits, met en évidence l'importance de l'état initial de relaxation des contraintes internes du matériau.

5.2.1 Effet du recuit sur l'orientation de la martensite

Lors des premiers cycles thermomécaniques, l'augmentation de $\Delta\varepsilon$ s'observe sur les trois échantillons. Comme nous l'avons décrit précédemment, cette augmentation s'attribue au mécanisme d'orientation des variantes de martensite associé au réarrangement des dislocations résiduelles. Cette première période d'évolution de la martensite apparaît sensible à la température de traitement thermique. Son étendue (en terme de nombre de cycles) ainsi que son amplitude sur la déformation de ε_M semblent dépendre de l'état microstructural initial de l'alliage.

Plus les températures de recuit sont basses, et plus l'alliage doit subir des cycles thermomécaniques pour que l'on observe une augmentation significative de $\Delta\varepsilon$ (Figure 5-3). Cet effet pourrait s'expliquer par la présence de contraintes résiduelles encore trop fortes dans l'alliage qui ralentissent les mécanismes d'orientation de la martensite, où plusieurs cycles thermiques sont alors nécessaires pour réarranger les dislocations afin de favoriser le mouvement des interfaces. Cet effet est plus marqué pour l'échantillon recuit à 475°C où l'augmentation de $\Delta\varepsilon$ s'observe seulement après 8 cycles thermiques, alors que 3 cycles suffisent pour réarranger les dislocations pour le recuit à 550°C. De plus, l'étendue du phénomène, limité à 15 cycles pour le recuit à 550°, concerne les 400 premiers cycles pour le recuit à 475°C.

Dans le cas des températures de traitement thermique plus élevées, la relaxation des contraintes internes est plus complète. Ceci a pour effet de permettre aux variantes de martensite de s'orienter plus facilement. Ce phénomène s'observe par l'augmentation dès les premiers cycles de $\Delta\varepsilon$ mesuré sur l'échantillon recuit à 625°C.

5.2.2 Effet du recuit sur la stabilisation de l'alliage

L'effet du traitement thermique agit également sur la stabilisation de l'alliage. En effet, la relaxation, définie par la température de recuit, conditionne la capacité de l'alliage à accumuler les nouvelles dislocations introduites par le cyclage. Cet effet s'illustre avec l'échantillon qui a été recuit à 625°C où l'on observe des déformations ϵ_A et ϵ_M les plus importantes ainsi que la diminution la plus marquée de $\Delta\epsilon$ après la période d'orientation des variantes (Figure 3-16). La tendance observée avec l'alliage recuit à 550°C est moindre mais suit sensiblement la même évolution en présentant une plus grande stabilité de $\Delta\epsilon$ après le 15^{ième} cycle. Ce recuit à température inférieure semble rendre le matériau moins sensible à l'accumulation de nouvelles dislocations car plus rapidement saturé.

Un traitement thermique à une température trop basse rend le comportement du matériau instable face à ce type de sollicitation. La description de l'évolution de son effet mémoire est difficile. En effet, pour le recuit à 475°C, les mécanismes d'orientation de variantes de martensite, d'arrangement et d'accumulation des dislocations induites par la transformation sont difficilement perceptibles. On pourrait supposer que ces effets se superposent tout au long du cyclage. Ceci se reflète par une évolution chaotique de $\Delta\epsilon$ pendant les 200 premiers cycles, suivi d'une stabilisation de l'effet mémoire qui converge vers les valeurs observées avec les traitements à 550 et 625°C.

5.3 Effet de la charge appliquée

Le mécanisme d'orientation de variantes dépend de la contrainte σ appliquée à l'alliage [2, 28]. Si l'on suppose que la capacité d'orientation d'un alliage pour un traitement thermique spécifique peut être estimée par le nombre de cycles nécessaires pour atteindre la valeur maximale de son effet mémoire, on observe alors une diminution de

la période d'orientation des variantes lorsque l'on augmente la charge appliquée à l'alliage lors des cycles thermomécaniques.

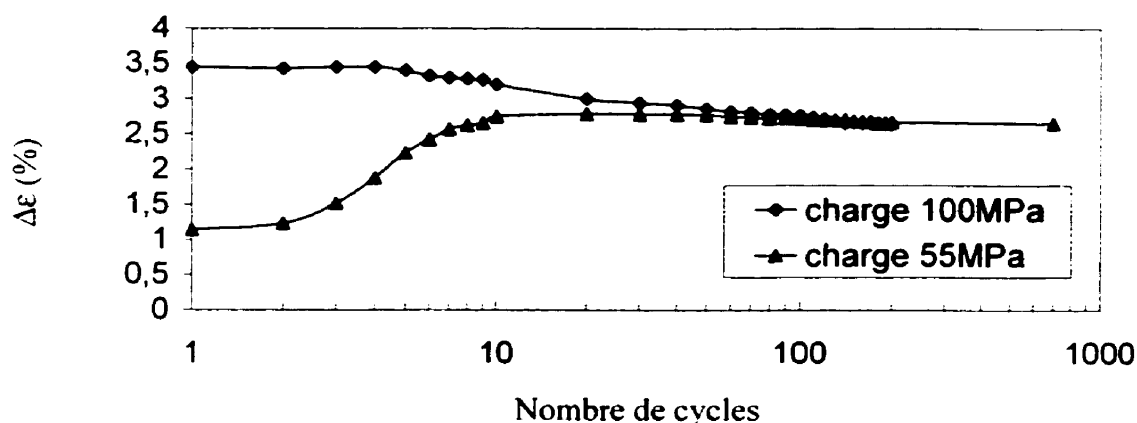


Figure 5-4 : Effet de la charge sur l'orientation de la martensite.

En effet, comme le montre la Figure 5-4, il apparaît clairement que la contrainte de 100 MPa diminue la période d'orientation. Pour des recuits identiques à 550°C pendant une heure, la valeur maximale de $\Delta\epsilon$ s'observe dès le premier cycle. Dans ce cas, toutes les variantes, favorables à la direction de chargement, semblent s'orienter lors de refroidissement du premier cycle thermique, alors que 10 cycles thermomécaniques sont nécessaires pour orienter les variantes avec une charge de 55 MP.

5.4 Traitement thermique sous charge constante

5.4.1 Principe et but

Les résultats présentés et interprétés précédemment concernent le comportement du matériau présentant à l'état initial une martensite auto accommodante. Cet état est obtenu lors de la phase de refroidissement de l'alliage après le recuit à la transformation austénite-martensite. Cette configuration initiale de la martensite nécessite une période d'orientation des variantes par les cycles thermomécaniques avant d'observer une

stabilisation de l'effet mémoire. Nous avons cherché ici à modifier l'état initial de la martensite en appliquant une charge constante à l'AMF pendant son traitement thermique. Ceci va avoir pour effet d'orienter la martensite pour obtenir un état initial préalable favorable au cyclage thermomécanique.

Les Figure 5-5 et Figure 5-6 comparent les évolutions de ϵ_A , ϵ_M et $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles de l'alliage recuit sans charge avec celles de l'alliage recuit avec une charge (la charge appliquée pendant le recuit est identique à celle de l'essai de fatigue soit 55 MPa, la température de traitement pour les deux échantillons testés est de 550°C pendant une heure).

5.4.2 Effet sur le comportement en fatigue

Les essais relatifs aux deux recuits présentent des évolutions des effets mémoire $\Delta\epsilon$ différentes (Figure 5-6). Du fait des déformations des phases austénitiques identiques pour les deux traitements thermiques lors des 10 premiers cycles, ces différences ne peuvent s'expliquer que par les modifications intervenant dans les phases martensitiques (Figure 5-5). En effet, la déformations ϵ_M observée pour le recuit sous charge lors des 10 premiers cycles thermomécaniques est plus importante qu'avec celle relative au recuit sans charge.

Le recuit sous charge oriente partiellement les variantes de martensite lors de la séquence du refroidissement du traitement thermique. Ceci a pour effet d'augmenter la déformation de la martensite lors des 10 premiers cycles comparativement au recuit sans charge (Figure 5-5). Son augmentation plus lente peut s'expliquer par la fraction de variantes restant à orienter qui est plus faible. Au bout de 10 cycles, les déformations ϵ_M pour les deux recuits sont identiques. Cela peut signifier que les deux phases se trouvent dans le même état d'orientation.

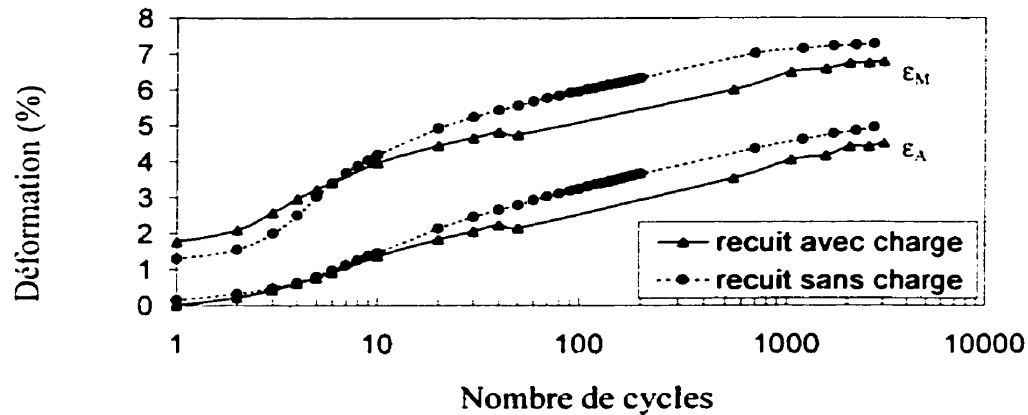


Figure 5-5 : Effet d'un traitement thermique à 550°C sous une charge constante de 55 MPa sur l'évolution des déformations ϵ_A et ϵ_M en fonction du nombre de cycles.

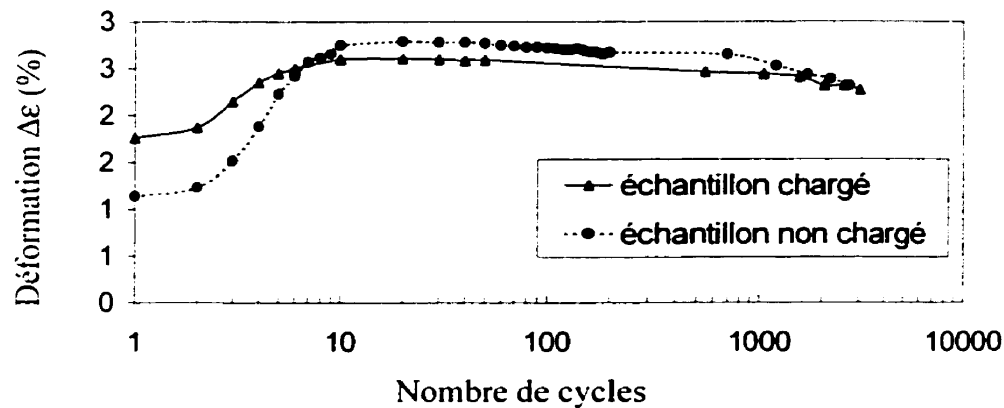


Figure 5-6 : Effet d'un traitement thermique à 550°C sous une charge constante de 55 MPa sur l'évolution de $\Delta\epsilon$ en fonction du nombre de cycles.

Les effets de la charge sur la phase mère aux hautes températures du traitement thermique semblent intervenir après la période d'orientation de la martensite en observant une stabilisation de $\Delta\epsilon$ plus nette pour l'alliage recuit sous charge (Figure 5-6). L'effet de la charge lors du recuit, en plus d'orienter partiellement la martensite, pourrait réarranger d'une part les dislocations résiduelles mais également celles introduites lors du recuit. Sa structure deviendrait alors moins sensible aux dislocations introduites par le cyclage thermomécanique, car déjà contrainte lors de son traitement

thermique, elle serait alors plus vite saturée. Cet effet s'illustre par l'évolution des déformations ϵ_A et ϵ_M du recuit sous charge qui sont constamment inférieures à celles du recuit sans charge.

5.5 Effet du cyclage sur le comportement thermique de l'alliage

Les changements microstructuraux induits par les cycles thermomécaniques décrits précédemment par les déformations des phases martensite et austénite affectent également les températures de transformation (Figure 3-15). En effet, on observe une diminution de l'hystérésis en température avec le nombre de cycles thermomécaniques pour l'ensemble des traitements thermiques (Figure 5-7). Cet effet est la conséquence de l'évolution des températures de transformation de phase avec les cycles.

Les séquences d'évolution de déformation des phases martensite et austénite, décrites précédemment, comme conséquence des modifications microstructurales, se retrouvent sur les évolutions de leurs températures d'inductions respectives. En effet, les températures $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$ présentent deux stades d'évolution : une diminution lors des premiers cycles, suivie d'une augmentation. Cependant, les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ diminuent graduellement pour se stabiliser avec les cycles thermomécaniques

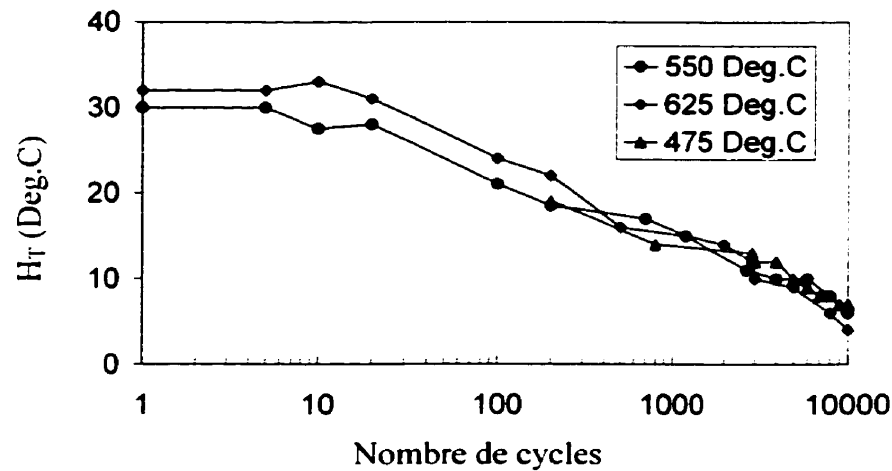


Figure 5-7 : Évolution de la largeur d'hystérésis H_T ($H_T = A_S - M_F$) en fonction de la température de traitement thermique et du nombre de cycles thermomécaniques.

5.5.1 Effet sur les températures $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$

L'interprétation du spectre de diffraction relatif à la phase austénite a mis en évidence l'accumulation des dislocations lors des cycles thermomécaniques associés aux mécanismes d'écrouissage induit thermiquement [2, 4, 6, 11]. Cependant, l'accumulation de dislocations due aux cycles thermomécaniques ne se décrit pas exactement comme celui induit par un cyclage thermique pur.

L'écrouissage thermique est associé à une augmentation de la dureté de l'alliage (Figure 5-8). Les caractéristiques du matériau s'en trouvent modifiées en observant la diminution des températures M_S et M_F en réponse aux contraintes internes croissantes dans le matériau qui rendent difficile la transformation martensitique. Ce phénomène se retrouve lors du traitement thermique où pour des basses températures, la relaxation insuffisante de l'alliage fait diminuer M_S et M_F [2, 4, 8, 11].

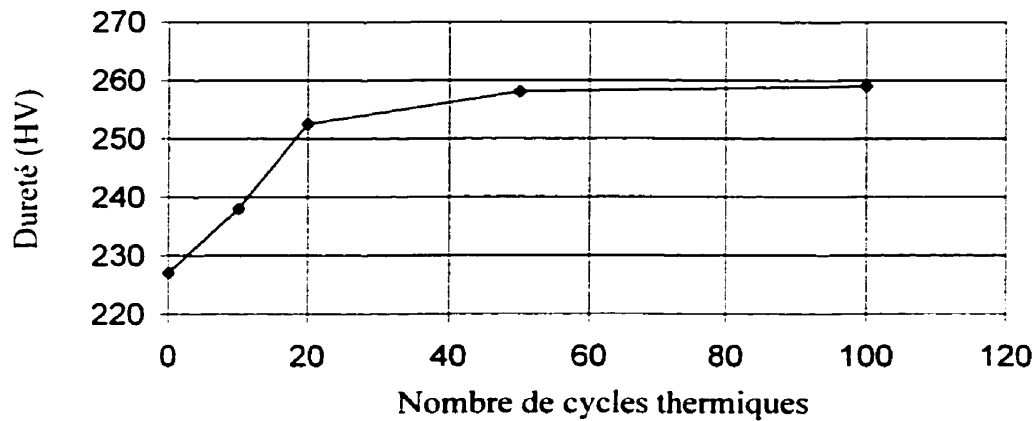


Figure 5-8 : Évolution de la dureté de la martensite en fonction du nombre de cycles thermiques.

L'accumulation de dislocations dans le matériau par le cyclage thermique à charge constante, dislocations inhérentes aux deux phases est différente de celle résultant d'un cyclage pur. En effet, contrairement au cyclage thermique pur, on observe ici la croissance des températures caractéristiques $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$ de la transformation directe $B2 \rightarrow M$ après 20 cycles. Cette différence de comportement illustre l'influence de la composante mécanique de la charge qui réarrange les dislocations résiduelles ainsi que les nouvelles introduites par le cyclage dans la structure. Ce réarrangement facilite alors la transformation de phase reflétée par l'augmentation des températures $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$. Ce mécanisme de réarrangement de dislocations n'existe pas lors des cycles thermiques purs, qui à terme affecte la transformation martensitique par un blocage progressif des mouvements cristallographiques [4, 7].

Les mouvements des interfaces des variantes, caractérisant l'orientation de la martensite, ainsi que le réarrangement des dislocations résiduelles dues à la mise en forme, augmentent la barrière énergétique pour former la martensite lors du refroidissement. Ceci a pour effet de diminuer les températures d'inductions $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$ observées lors des premiers cycles thermomécaniques. Cela est plus marqué lorsque la température du recuit est élevée. En effet, comme pour les évolutions de $\Delta\epsilon$ observées

précédemment, les étendues et les amplitudes des tendances relatives aux températures $M_F(\sigma)$ et $M_S(\sigma)$ dépendent de la température du traitement thermique en observant une diminution plus brutale pour le recuit à 625°C.

5.5.2 Effet sur les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$

Comme pour la phase martensitique, une comparaison de l'évolution des températures d'induction de l'austénite en fonction du nombre de cycles $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ avec sa déformation peut être faite.

Pour la transformation inverse $M \rightarrow B2$, les températures caractéristiques $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ sont moins affectées par les cycles thermomécaniques. En effet, pour les recuits à 550 et 625°C, on observe leurs diminutions graduelles jusqu'au 100^{ème} cycle pour ensuite se stabiliser. Cette évolution suit celle du paramètre B_{110}^{B2} , décrite précédemment, qui caractérise l'augmentation de la densité des contraintes internes dans le matériau. La diminution des températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ lors des premiers cycles montre qu'une relaxation du matériau suffisante permet le réarrangement des dislocations résiduelles, ainsi que celles générées par les cycles thermomécaniques dans la structure de l'alliage. Cet effet a pour conséquence de faciliter la transformation dans le sens martensite \rightarrow austénite en favorisant les sites de germination de cette phase. La saturation du matériau en dislocations observée par l'évolution de B_{110}^{B2} se retrouve avec les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$ qui se stabilise après 100 cycles.

Pour le traitement à 475°C, les mécanismes de réarrangement des dislocations sont difficiles car la relaxation des contraintes internes de l'alliage n'est visiblement pas suffisante. L'accumulation de nouvelles dislocations dans la structure induites par les cycles thermomécaniques qui interagissent avec les dislocations résiduelles ne favorise

pas la transformation martensite-austénite. Ceci a pour effet d'augmenter les températures $A_F(\sigma)$ et $A_S(\sigma)$.

5.5.3 Transition de phase R

Dans le cas des alliages Ni-Ti, la transformation martensitique peut être précédée par une transformation intermédiaire. Cette phase, qui apparaît lors du refroidissement de l'alliage, est appelée phase R ou transformation pré-martensitique de structure rhomboédrique. Cette phase se caractérise par une distorsion rhomboédrale de la structure B2 de type CsCl, c'est à dire à une déformation selon une des diagonales du réseau cubique qui définit la structure austénitique. La présence de cette phase R modifie la séquence de transformation austénite-martensite $B2 \rightarrow M$ au refroidissement pour devenir $B2 \rightarrow R \rightarrow M$.

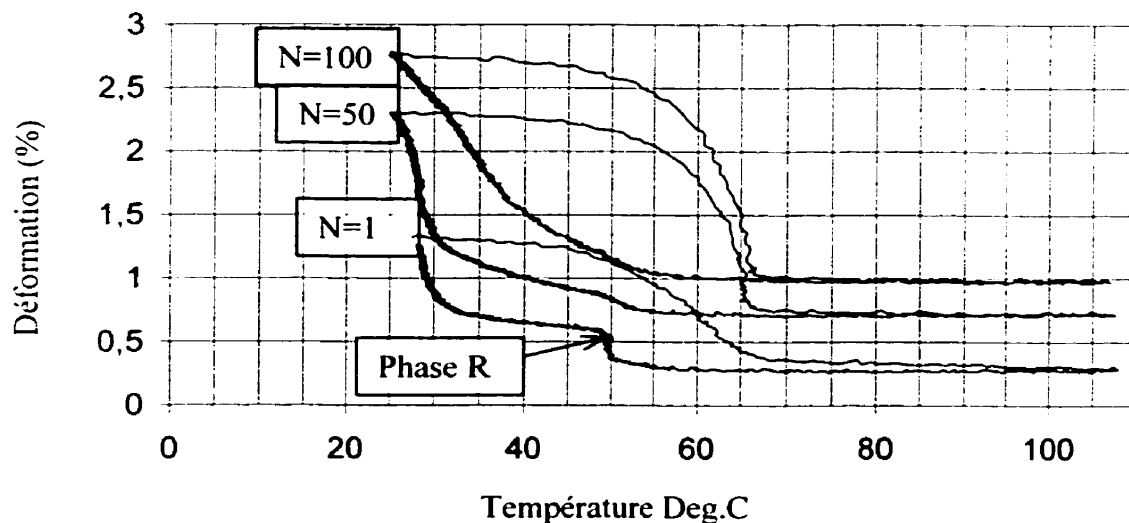


Figure 5-9 : Influence des cycles thermiques sur la transformation R ($\sigma=55\text{Mpa}$).

Cette séquence de transformation s'observe par RX sur l'alliage recuit à 550°C après le premier cycle thermomécanique (Figure 4-8) mais ne semble pas apparaître sur son comportement macroscopique (Figure 3-14). Cependant, la transformation de la phase

R s'observe avec l'alliage traité à 475°C pendant une heure lors du cyclage thermique sous une charge de 55 MPa (Figure 5-9). En effet, il apparaît clairement que lors des 50 premiers cycles, la transformation au refroidissement est $B2 \rightarrow R \rightarrow M$ puis ensuite la transformation devient directe $B2 \rightarrow M$.

Cette modification de séquence de transformation peut s'expliquer par l'évolution des températures de transformation de phase lors des cycles thermomécaniques [22]. La température T_R , température d'induction de la phase R, ne semble pas être affectée par les cycles thermomécaniques, alors que l'évolution de la température $M_S(\sigma)$ est significative. Pour les premiers cycles, la température d'induction de la martensite $M_S(\sigma)$ est inférieure à celle de la phase R, la séquence de transformation au refroidissement est alors $B2 \rightarrow R \rightarrow M$. Lorsque $M_S(\sigma)$ devient supérieure à T_R , la transformation devient directe.

Conclusion

On trouve l'origine de la fatigue des alliages à mémoire de forme dans les modifications microstructurales induites par les cycles thermiques et par la charge appliquée durant l'essai. La transformation martensitique est une transformation par cisaillement accompagnée d'une variation de volume. Ce mécanisme de déformation agit comme source supplémentaire de contraintes internes par rapport aux matériaux classiques.

Le comportement de l'alliage 49,9% Ni-Ti soumis à des sollicitations cycliques thermiques à charge constante a été étudié ici par deux approches. L'approche macroscopique a permis de décrire l'évolution en fonction du nombre de cycles des déformations des phases austénite et martensite, de l'effet mémoire double sens assisté et des températures de transformations de phase. Ces résultats, combinés à une analyse *in situ* par diffraction des rayons X, nous a permis de décrire certains mécanismes microstructuraux intervenant lors du cyclage. Deux comportements du matériau ont été observés. Le premier concerne les premiers cycles caractérisés par une évolution rapide de l'effet mémoire, phénomène identifié par diffraction des rayons X comme étant associé à l'orientation des variantes de martensite et aux réarrangements des dislocations résiduelles induite par la mise en forme du matériau. Le second correspond à la stabilisation de l'alliage, illustré par une faible diminution de l'effet mémoire, relatif à l'accumulation de dislocations inhérentes aux deux phases. L'étendue de ces comportements dépend de plusieurs facteurs : la température du traitement thermique, la charge appliquée pendant l'essai de fatigue et enfin l'action d'une charge lors du recuit.

1. Température de traitement thermique

Une trop forte relaxation du champ de contraintes internes (induites par la mise en forme) dans la structure du matériau, déterminée par la température de traitement thermique, favorise l'orientation de la martensite lors des premiers cycles au détriment de son comportement en fatigue qui est plus instable. À l'inverse, une relaxation insuffisante s'illustre par une évolution chaotique de l'effet mémoire de l'alliage. C'est avec le traitement thermique optimal à la température de 550°C pendant une heure suivi d'une trempe que le comportement de l'effet mémoire double sens assisté de l'alliage Ni-Ti est le plus stable sur 10000 cycles thermiques sous une charge de 55 MPa. Cette température fut identifiée expérimentalement par la chaleur latente de transformation et la microdureté de l'alliage (référence chapitre 2).

2. Charge appliquée sur l'alliage

La méthode pour déterminer la température optimale de traitement thermique ne tient pas compte de la contrainte appliquée lors de l'essai de fatigue. En effet, la charge de 100 MPa rend instable le comportement de l'effet mémoire de l'alliage pourtant stable avec 55 MPa pour un recuit identique à 550°C. Cette instabilité pourrait être diminuée en favorisant le comportement mécanique de l'alliage par une pondération plus forte du facteur lié à la microdureté dans l'optimisation de la température de traitement thermique. Cet effet aura pour conséquence de limiter la relaxation du matériau par une température de recuit plus basse qui diminuera la chaleur latente de transformation.

3. Prévenir les effets de la fatigue

L'application d'une contrainte constante à l'AMF durant son traitement thermique permet de prévenir des effets des cycles de fatigue sur la structure de l'alliage en réorientant partiellement la martensite et en réarrangeant les dislocations induites par la mise en forme. Cet effet s'illustre par une stabilisation marquée de l'effet mémoire du matériau. Nous pouvons imaginer que l'application d'une contrainte durant les cycles

de fatigue qui serait inférieure à celle appliquée lors du recuit améliorera d'avantage la stabilisation de l'alliage.

L'étude de la fatigue, que nous avons menée ici nécessiterait d'être complétée par des études microscopiques qui permettraient une description plus précise des mécanismes microstructuraux dans l'alliage intervenant lors des traitements thermiques, notamment en évaluant la taille des grains ainsi que la présence de précipités. Ces analyses nous renseigneront sur l'influence et la formation de ces particules dans la matrice qui semblent agir sur le comportement du matériau. Leur rôle apparaît important sur la stabilisation des alliages Ni-Ti lors des cycles thermiques purs [7. 4]. L'analyse rayons X ne nous a pas permis malheureusement d'observer la présence de précipités dans notre alliage car ils seraient en trop faible quantité.

La microscopie électronique pourrait mettre en évidence un autre phénomène intervenant lors du cyclage thermomécanique des AMF. Identiquement au matériau usuels, l'effet de la fatigue sur les AMF se reflète en partie par l'apparition de fissures dans les microstructures [2]. Dans tous les polycristaux, les joints de grains et leurs régions avoisinantes sont des zones sensibles pour les effets de fatigue. Ces zones sont des sites propices d'initiation de fissures qui conditionnent le comportement en fatigue des matériaux.

Références

- [1] H. Leboiteux, "La fatigue dans les matériaux. aspect physique et mécanique". Ediscience, Paris 1973.
- [2] E. Patoor, M. Berveiller, "Technologie des alliages à mémoire de forme". Hermes, 1994.
- [3] M.A. Meunier, Caractérisation expérimentale, modélisation thermomécanique et étude de la fatigue de pièces en alliage à mémoire de forme, mémoire de maîtrise, Université de Montréal, sept. 1995.
- [4] S. Miyazaki, "Thermal and stress cycling effects and fatigue properties of Ni-Ti" Engineering Aspects of Shape Memory Alloys (Duerig T.W., Melton K.N., Stöckel D. Wayman C.M.), (1990), pp. 369-393, Butterworth-Heinemann.
- [5] Y.S. Kim, "Fatigue properties of Ti-50.9% Ni shape memory wires" SMST : Proceeding of second international conference on shape memory and superelastic technologies asilomar conference center, Pacific Grove, California, USA, 1997.
- [6] L. Jordan, M. Masse, J.Y. Collier, G. Bouquet, "Effects of thermal and thermomechanical cycling on the phase transformations in Ni-Ti and Ni-Ti-Co shape memory alloys", Journal of alloys and compounds, 211/212, (1994), pp. 204-207.

- [7] J. Kwarciak, Z. Lefston, H. Morawiec, "Effect of thermal cycling and Ti_2Ni precipitation on the stability of the Ni-Ti alloys", Journal Material of Science, (1987), vol. 22 (7), pp. 2341-2345.
- [8] V. Pelosin, F. Deborde, A. Rivière, "Thermal cycling effect on the premartensitic and martensitic transition in a Ti rich NiTi alloy", Journal de Physique IV, Colloque C8, Vol. 6, (1996), pp. 429-432.
- [9] D. Stroz, Z. Bojarski, J. Ilczuk, Z. Lekston, H. Morawiec, "Effect of thermal cycling on as-quenched and aged nickel-rich Ni-Ti alloy", Journal Material of Science, (1991), vol 26 (7) pp. 1741-1748.
- [10] J. Ren-Der, D. Jing-Bang, "The thermal cycling effect on Ti-Ni-Cu shape memory alloy", Scripta Metallurgica et Materiala, (1994), Vol. 32, No 6, pp. 885-890.
- [11] T. Tadaki, Y. Nakata, K. Shimizu, "Thermal cycling effects in an aged Ni-rich Ti-Ni shape memory alloy", Transaction of Japan Institute of Metals, Vol. 28, No. 11 (1987), pp. 883-890.
- [12] P.G. McCormick, Y. Liu, "Thermodynamic analysis of the martensitic transaction in Ni-Ti-II. effect of transaction cycling", Acta Metallurgica Materials, Vol. 42, (1994), No. 7, pp. 2407-2413.
- [13] W. Cai, C.S. Zhang, L.C. Zhao, "Recovery stress of Ni-Ti wide-hysteresis shape memory alloy under strain and thermomechanical cycling", Journal of Materials Science Letters, Vol. 13, (1994), pp. 8-9.
- [14] B. Strnadel, S. Ohashi, H. Ohtsuka, S. Miyasaki, T. Ishihara, "Effect of mechanical cycling on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu alloys", Materials Science and Engineering, Vol. A203, (1995), pp.187-196.

- [15] S. Miyasaki, T. Imai, K. Otsuka, "Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of the Ti-Ni alloys", Metallurgica Transactions A, Vol. 17A. (1986), pp.115-120.
- [16] H. Tamura, K. Mitose, Y. Suzuki, " Fatigue properties of Ni-Ti shape memory alloy springs", Journal de Physique, colloque C8, Vol. 5, (1995), pp. 617-622.
- [17] H. Zimmermann, "Irreversible strains in an Ni-Ti alloy after thermal cycling", Journal of Materials Science Letter, Vol. 16, (1997), pp. 460-461.
- [18] T. Waram, R. Sowerby, M. Mailvaganam, "The characterization of electrically actuated NiTiCu shape memory wires". SMST-97, Asilomar, California, March 2-6, (1997).
- [19] D. A. Hebda, S. R. White, "Effect of training condition and extended thermal cycling on nitinol two-way shape memory behavior". Smart Material Structure, Vol. 4, (1995), pp. 298-304.
- [20] M.J. Bignon, M. Morin, "Thermomechanical behavior of TiNi wires during thermal cycling under stress", Journal de Physique IV, Vol. 5, (1995), pp. 795-800.
- [21] R. Zadno, J.W. Simpson, M.A. Imran, "Stability in cycling of Ni-Ti-Cu actuator wire", SMST-94, Asilomar, California, USA, (1994), pp.317-321.
- [22] G.B. Stachowiak, P.G. McCormick, "Shape memory behaviour associated with the R and martensitic transformations in a NiTi alloy". Acta Metallurgica, Vol. 36, No. 2, (1998), pp. 291-297.

- [23] N. Hagmeister, L'H. Yahia, C. Armand, T. Lours, "Fatigue life and cycling effects of Ni-Ti wire for orthopaedic application", SMST Asilomar, California, USA, (1994), pp. 395-400.
- [24] Belyaev, Kuzman, Likhachev, Kovalev, S.M. (1987), Fiz. Metal. Metalloved. 631017
- [25] S. Miyazaki, T. Imai, K. Otsuka, Y. Suzuki, "Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of Ti-Ni alloy", Scripta Metallurgica, Vol. 15, (1981), pp. 853-856.
- [26] C.M. Wayman, I. Cornelis, "Transformation behavior and the shape memory in thermally cycled TiNi", Scripta Metallurgica, Vol. 6, (1972), pp. 115-122.
- [27] A. Ishida, M. Sato, A. Takei, K. Nomura, S. Miyasaki, "Effect of aging on shape memory behaviour of Ti-51.3 at Pct Ni thin film", Metallurgica and Materials Transactions A, Vol. 27A, Dec (1996), pp. 3753-3759.
- [28] J. Marquez, T. Slater, F. Sczerzenie, "Determining the transformation temperatures of Ni-Ti alloys using differential scanning calorimetry", SMST-97, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA, pp. 13-18.
- [29] Y. Liu, Y. Liu, J. Van Humbeeck, "Two-way memory effect developed by martensite deformation in Ni-Ti", Acta Metallurgica, Vol. 47, No 1, 1999, pp.199-209.
- [30] H. Scherngell, A.C. Kneissl, "Training and stability of the intrinsic two-way shape memory effect in Ni-Ti alloys", Scripta Materialia, Vol. 39, No 2, 1998, pp 205-212.